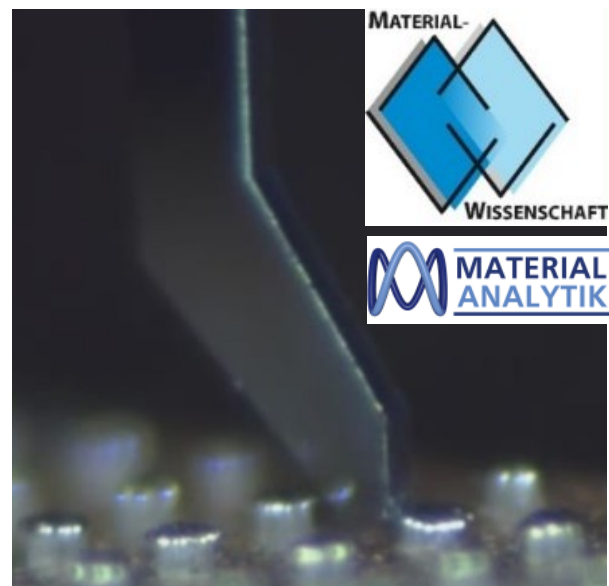
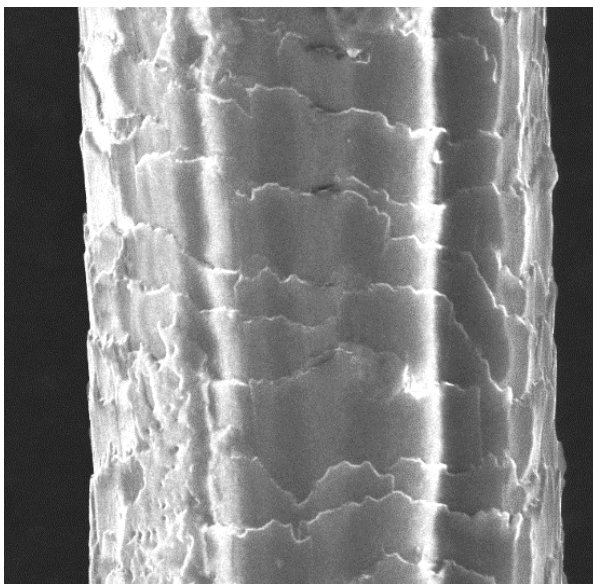
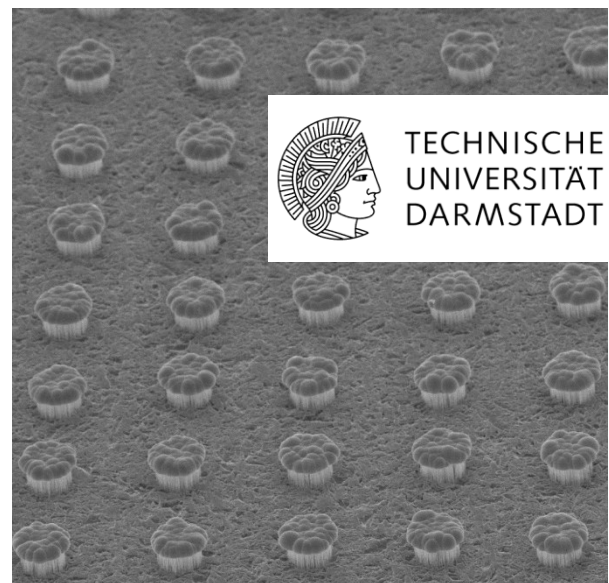
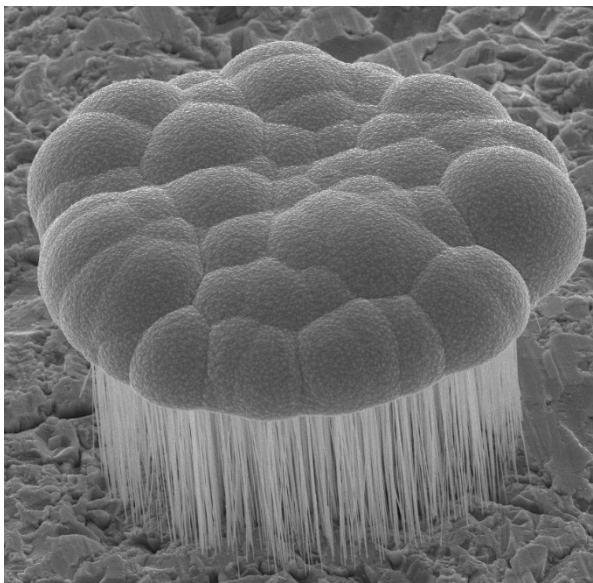


Synthese und Charakterisierung von Submikro- und Nanodrahtarrays aus Platin und Nickel-Eisen zur Anwendung in mikroeletromechanischen Systemen

zur Erlangung des akademischen Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation von Dipl.-Ing. Martin Hottes aus Darmstadt



**Synthese und Charakterisierung
von Submikro- und Nanodrahtarrays
aus Platin und Nickel-Eisen
zur Anwendung in mikroeletromechanischen Systemen**

Vom Fachbereich
Material- und Geowissenschaften
der Technischen Universität Darmstadt
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation
von
Dipl.-Ing. Martin Hottes
geboren am 01. August 1986 in Darmstadt

1. Gutachten: Prof. Dr. Wolfgang Ensinger
2. Gutachten: Prof. Dr.-Ing. Helmut F. Schlaak

Tag der Einreichung: 02. Oktober 2019

Tag der Prüfung: 02. Dezember 2019

Darmstadt 2019

Hottes, Martin

Synthese und Charakterisierung von Submikro- und Nanodrahtarrays aus Platin und Nickel-Eisen zur Anwendung in mikroelektromechanischen Systemen

Englischer Titel: Synthesis and characterization of submicro and nanowire arrays made of platinum and nickel-iron for applications in microelectromechanical systems

genehmigte Dissertation, Darmstadt, Technische Universität Darmstadt

Jahr der Veröffentlichung der Dissertation auf TUpriints: 2020

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-115579

URL: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/id/eprint/11557>

Tag der Einreichung: 02. Oktober 2019

Tag der mündlichen Prüfung: 02. Dezember 2019

Veröffentlicht unter CC BY-SA 4.0 International

<https://creativecommons.org/licenses/>



„Das schönste Denkmal, das ein Mensch bekommen kann, steht im Herzen seiner Mitmenschen.“
(Albert Schweitzer)

Für Oma Elly

„Mehr als die Vergangenheit interessiert mich die Zukunft, denn in ihr gedenke ich zu leben.“
(Albert Einstein)

Vorwort

„Rings um uns herum, in der Welt der Medien, der Wissenschaft und der Wirtschaft wiederholt die Vorsilbe ‚Nano‘. Ständig höre ich Hinweise auf diese unsichtbare Maßeinheit; ein Milliardenstel Meter; wenige Atome groß. Dank ‚Nanos‘ erwarten Wissenschaft und Technik eine faszinierende neue Welt. Zahllose neue Forschungsfelder und fabelhafte neue Möglichkeiten. Von Materialtechnik bis Energie, von Umwelt bis Medizin, von Elektronik bis Landwirtschaft, Nanos sollen alles wirksamer, billiger und umweltverträglicher machen. Nichts in unserer Welt wird ohne ‚Nanos‘ sein [...]“ [1]. Die vierstündige Fernsehdokumentation über die „Nanowelt“, aus der das obige Zitat stammt, faszinierte mich sehr. Es ist erstaunlich, welche Möglichkeiten und Anwendungsgebiete die heutige Technik bietet, sei es beispielweise die Integration von Nanostrukturen in bestehende Mikrosysteme in Form von z. B. hauchdünnen Schichten, um der Oberfläche eine neue Funktion zuzuordnen, oder die Synthese von Materialien in nanoskaligen Dimensionen. „Nano“ soll die Welt verbessern und den Menschen das Leben leichter und komfortabler machen. Der Bedarf an immer leistungsfähigeren Geräten, die immer mehr Funktionen haben sollen, wächst immens. Moderne Geräte sollen immer kleiner werden, wodurch der verfügbare Platz für funktionale Elemente immer weiter schrumpft. Genau dort, bei der Synthese und Charakterisierung solch miniaturisierter funktionaler Elemente, setzt die Materialwissenschaft auf Nanoebene an.

Auch die vorliegende Dissertation basiert auf der Grundidee der Nanotechnologie und befasst sich mit der Synthese, geometrischen und mechanischen Charakterisierung von mikroskopischen, metallischen Drahtverbunden, bestehend aus sowohl Nanodrähten als auch zum Vergleich Submikrodrähten in unterschiedlicher Gestalt und Größe.

Den experimentellen Teil führte ich von April 2011 bis April 2015 im Rahmen des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung geförderten Projekts „ELEMENT - Elektromechanische Sensoren mit eindimensionalen Nanoobjekten“ (FKZ: 16SV5475) [2] als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Fachgebiet Materialanalytik des Fachbereichs für Material- und Geowissenschaften der Technischen Universität Darmstadt unter Leitung von Prof. Dr. Wolfgang Ensinger durch. Dadurch wurde mir die Möglichkeit gegeben, meine Faszination an der technischen Miniaturisierung mit spannender und innovativer Forschung zu verbinden. Die Mischung aus Grundlagenforschung und anwendungsbezogenen Synthesen und Charakterisierungen machten die Arbeit abwechslungsreich. Vier Jahre später, die von neuen Herausforderungen im Job und Verantwortung für meine bezaubernde Frau und Tochter geprägt waren, habe ich die spannende Arbeit in meiner Dissertation nun schriftlich zusammengefasst.

Zusammenfassung

Aufbauend auf der Forschung der Fachgebiete Materialanalytik [3-5], Materialforschung [6-8] und Mikrotechnik und elektromechanische Systeme [9-11] werden Nanodrahtarrays „NDAs“ und Submikrodrahtarrays „SDAs“ synthetisiert und deren Eigenschaften hinsichtlich deren technischer Anwendbarkeit untersucht. Über die Ionenspur-Templatmethode können, mit der Wahl der Lochmaske, der Polymerfoliendicke, der Fluenz und der Ätzzeit, Template mit Nanokanälen mit genau definierten geometrischen Eigenschaften hergestellt werden. Die Anpassung der elektrochemischen Abscheidebedingungen der dann eingebetteten NDAs und SDAs führt zu einer hohen Ausbeute an simultan gleichmäßig gewachsenen Arrays. Das Rasterelektronenmikroskop bestätigt eine Erhaltung ihrer Gestalt und Größe nach der Optimierung des Freilegungsprozesses der im Templat gewachsenen Arrays.

Für eine systematische Studie des mechanischen Verhaltens und einen Vergleich zwischen NDAs einerseits und SDAs andererseits wurde jeweils eine Serie von Arrays aus den Materialien Platin und Nickel-Eisen hergestellt. Neben den Materialien unterscheiden sich diese Arrays hauptsächlich in der Drahtanzahl, dem Drahtdurchmesser auf Nano- und Submikrometerebene sowie der Drahtlänge.

Mit der Konzipierung, dem Aufbau und der Inbetriebnahme eines neu entwickelten Nanokraftmessplatzes ist es gelungen, die freistehenden NDAs und SDAs in Hinblick auf ihr mechanisches Verhalten zu untersuchen. Dies erfolgte über die Aufzeichnung von Kraft-Weg-Kurven, die durch eine laterale Verschiebung der Arrays und der Messung der daraus resultierenden Kraft entstehen. Der Einfluss des Drahtdurchmessers, der Drahtanzahl und der Drahtlänge auf die Federkonstante der Arrays wird durch ein analytisches Modell abgebildet und mit den Messergebnissen bestätigt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Arrays über ihre geometrischen Eigenschaften gezielt mechanisch adaptierbar sind: Erwartungsgemäß lässt sich die Federkonstante reduzieren durch kleinere Drahtdurchmesser, eine kleinere Drahtanzahl und größere Drahtlängen. Sowohl die NDAs als auch die SDAs sind sehr stabil und können erfolgreich mechanisch charakterisiert werden. Die Ergebnisse legen den Grundstein für die Anwendung in neuartigen Beschleunigungssensoren und das gewonnene Wissen kann dazu eingesetzt werden, um Arrays mit einer bestimmten Federkonstante durch Anpassung der geometrischen Eigenschaften herzustellen.

Die für den geplanten Einsatz als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor am besten geeigneten Arrays besitzen eine kreisförmige Grundfläche mit einem Durchmesser von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$, da sie eine bemerkenswerte Flexibilität gegenüber lateralen Biegebelastungen, ausgeprägte Stabilitäten über mehrere Belastungszyklen und reproduzierbare Federkonstanten besitzen, die über den Drahtdurchmesser und die Drahtanzahl eingestellt werden können.

Abstract

Based on the research of the study groups material analytics [3-5], materials research department [6-8] and microtechnology an electromechanical systems [9-11], nanowire arrays and submicrowire arrays are synthesized and their properties in terms of their technical application are investigated. By means of the ion-track template method, templates consisting of nano channels with well-defined geometric properties can be produced by choosing a proper shadow mask, polymer foil thickness, fluence and etching time. The adjustment of the electrochemical deposition conditions of the nanowire arrays and submicrowire arrays, which are embedded in the polymer foil afterwards, leads to a high output of simultaneously steadily grown arrays. The scanning electron microscope confirms the preservation of their shape and size after an optimization of the exposure process of the arrays grown in the template.

For a systematic study of the mechanical behavior and a comparison between nanowire arrays on the one hand and submicrowire arrays on the other hand a series of each arrays made of the materials platinum and nickel-iron were produced. Besides the materials, the arrays differ primarily in the number of wires, the wire diameter on a nano and submicrometer level, as well as in the wire length.

With the conception, setup and start-up of a newly developed nanoforce measuring station the free-standing nanowire arrays and submicrowire arrays were successfully investigated in respect of their mechanical behavior. This happened by recording force-displacement curves which emerge by shifting the arrays laterally and measuring the resulting force. The influence of the wire diameter, the number of wires and the wire length on the spring constant of the arrays is described in an analytical model and confirmed by the measuring results. The results show that arrays can be specifically mechanically adapted by altering their shape and size: Expectedly the spring constant can be reduced by smaller wire diameters, smaller number of wires and larger wire lengths. Both nanowire arrays and submicrowire arrays are very stable and can successfully be mechanically characterized. The results lay the foundation for an application in novel accelerometers and the knowledge gained can be used to produce arrays with a specific spring constant by adjusting their shape and size.

The most suitable arrays for the envisaged application as a spring-mass-element in an accelerometer have a circular footprint with a diameter of 50 μm and a wire length of 30 μm because they have remarkable flexibility with respect to lateral bending loads, pronounced stabilities over several loading cycles and reproducible spring constants which can be adapted by the wire diameter and number of wires.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Motivation	1
1.1. „Arrays“: Definition und Synthese	1
1.2. Mechanische Charakterisierung von ND	3
1.3. Nanotechnologische Integration von NDAs in einem miniaturisierten Sensor	3
1.4. Zielsetzung	7
1.5. Aufbau der Dissertation	9
2. Materialien und Methoden	11
2.1. Templatmethode	11
2.1.1. Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode	12
2.1.2. Elektrodeposition von NDAs und SDAs	14
2.1.3. Platin	17
2.1.4. Nickel-Eisen	18
2.2. Freilegung der Arrays	18
2.2.1. Nasschemisches Verfahren	18
2.2.2. Trockenätzverfahren	19
2.3. Charakterisierungsmethode – Bestimmung der Eigenschaften nach der Synthese	20
2.3.1. Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie	20
2.4. Charakterisierungsmethode – Mechanische Charakterisierung	20
2.4.1. Nanokraftmessplatz	20
2.5. Software	24
2.5.1. National Instruments LabVIEW	24
2.5.2. Microsoft Visual BASIC for Applications (VBA)	30
2.6. Theorie zur Kraft-Weg-Charakteristik	31
2.7. Theorie zur differentiell kapazitiven Detektion	34
3. Experimentelles	36
3.1. Templatherstellung	36
3.1.1. Vorbereitung und Durchführung der Masken-unterstützten Ionenbestrahlung	36
3.1.2. Aufweitung der latenten Ionenspuren	38
3.1.3. Aufbringung einer kathodischen Schicht	39

3.2. Elektrodeposition	41
3.2.1. Platin	42
3.2.2. Nickel-Eisen	44
3.3. Freilegung der Arrays	46
3.3.1. Nasschemisches Verfahren	47
3.3.2. Trockenätzverfahren	47
3.4. Charakterisierungsmethode - Bestimmung der Eigenschaften nach der Synthese	48
3.4.1. Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie	48
3.5. Charakterisierungsmethode – Mechanische Charakterisierung	50
3.5.1. Nanokraftmessplatz	50
4. Ergebnisse und Diskussion - Synthese	56
4.1. Synthese und Optimierung von Platin-NDAs	56
4.1.1. Reproduktion und Optimierung der Platin-NDAs	56
4.1.2. Optimierung der Templatauflösung	58
4.2. Platin-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe	58
4.2.1. Einsatz von Lochmasken	59
4.2.2. Auswahl von Platin-NDAs und -SDAs für die mechanische Charakterisierung	70
4.3. Zusammenfassung: Synthese von Platin-Drahtarrays (Ziel 1)	78
4.4. Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe	79
4.4.1. Auswahl von Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs für die mechanische Charakterisierung	79
4.5. Zusammenfassung: Synthese von Nickel-Eisen-Drahtarrays (Ziel 2)	84
5. Ergebnisse und Diskussion – Mechanische Charakterisierung	85
5.1. Kraftsensor-Verhalten	85
5.2. Platin-NDAs und -SDAs: Auswirkungen auf das mechanische Verhalten	87
5.2.1. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})	88
5.2.2. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})	94
5.2.3. Variation der Drahtlänge	102
5.3. Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs: Auswirkungen auf das mechanische Verhalten	110
5.3.1. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})	111
5.3.2. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})	118
5.4. Schlussfolgerungen	126

5.4.1.	Variation des Materials: Auswirkung auf das mechanische Verhalten	126
5.4.2.	Vergleich der gemessenen Werte mit den berechneten Werten	127
5.4.3.	Einfluss der Ionenspur-Templatmethode	134
5.4.4.	Technische Einflussfaktoren am Messplatz	136
5.4.5.	Überprüfung der Eignung der Arrays zum Einsatz im Beschleunigungssensor	138
5.5.	Zusammenfassung: Mechanische Charakterisierung von Drahtarrays (Ziel 3)	142
6.	Fazit: Synthese, Charakterisierung und Einsatzmöglichkeit als Feder-Masse-Element von NDAs und SDAs in MEMS	143
7.	Ausblick	146
Anhang		2
	Geräte-, Software- Chemikalien- und Einheitenverzeichnis	2
	Technischer Anhang	5
	Literaturverzeichnis	8
	Abbildungsverzeichnis	16
	Tabellenverzeichnis	24
	Publikationen	26
	Betreuung wissenschaftlicher Arbeiten	27
	Erklärung zur Dissertation	28

1. Einleitung und Motivation

Das Kapitel 1 erläutert den Stand der Technik und die Motivation für die vorliegende Dissertation. Unterkapitel 1.1 zeigt anhand ausgewählter Fachliteratur, wie vielseitig der Begriff „Array“ in der Wissenschaft genutzt wird, über welche Methoden „Arrays“ bisher hergestellt wurden, in welchen zahlreichen Anwendungen „Arrays“ zum Einsatz kommen und definiert zum Schluss, welche Bedeutung der Begriff „Array“ in der vorliegenden Dissertation hat. Das Unterkapitel 1.2 behandelt die Methoden, mit denen Nanostrukturen bisher mechanisch charakterisiert wurden. Das Unterkapitel 1.3 gibt eine Einführung in die „Nanotechnologie“ und beleuchtet deren Vorteile. Außerdem wird auf die Sensorik eingegangen und im Detail eine mögliche Anwendung von NDAs in mikroelektromechanischen Systemen beschrieben, speziell das Funktionsprinzip eines geplanten neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensors. Das Unterkapitel 1.4 legt die Ziele für die Dissertation fest. Das Kapitel schließt im Unterkapitel 1.5 mit der Beschreibung des Aufbaus der Dissertation ab.

1.1. „Arrays“: Definition und Synthese

Die bestehenden Definitionen des Begriffs „Array“ sind sehr vielfältig. In der Fachliteratur wird meist eine Anordnung von Objekten, z. B. Submikrodrähten „SD“ oder Nanodrähten „ND“, die nebeneinander angeordnet sind, als „Array“ bezeichnet. Diese „Arrays“ gibt es in einer großen Vielfalt: Sie sind z. B. metallischer [12-22] oder nichtmetallischer Natur [14, 23]. Sie werden durch lithographische Prozesse [12, 15] oder in nanoporösen Membranen [24-31] hergestellt. Die Form der Drähte ist zylindrisch [5] oder konisch [32]. Eingesetzt werden sollen diese „Arrays“ überwiegend zur chemischen Sensorik [33, 34], Gassensorik [11, 35-37] oder Katalyse [38], da sie eine sehr hohe aktive spezifische Oberfläche aufgrund ihres hohen Oberfläche-zu-Volumenverhältnis aufweisen.

Einige Forscher verwenden das Wort „Array“ für eine Ansammlung von Objekten, die aus einem einzelnen ND bzw. SD bestehen und eine halbkugelförmige Kappe am freien Ende besitzen [39-43].

Eine wiederum andere Definition gaben zahlreiche Wissenschaftler wie folgt: Sie stellten Nano- bzw. Submikrodrahtarrays bestehend aus mehreren ND bzw. SD her, die keine der oben erwähnten Kappen besitzen und sich dadurch auszeichnen, dass sie in kontrollierbarer Dimension hergestellt werden können, z. B. durch lithographische Prozesse [44-56].

Der Begriff des „Array“, in der hier gemeinten Bedeutung, wurde erstmalig in [3, 5] definiert: **Ein Array ist ein Verbund aus einer Vielzahl freistehender, paralleler ND bzw. SD gleicher**

Länge, die über eine halbkugelförmige Kappe miteinander verbunden und stabilisiert sind. Das Aussehen ist vergleichbar mit einem Pilz, wobei die Drähte den Stiel repräsentieren. Die Technik für die Herstellung der Arrays liefert die Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode. Dabei werden die Template durch Verwendung von Lochmasken während der Schwerionenbestrahlung erzeugt. Die Herstellung der Drähte erfolgt elektrochemisch im Templat. Zur Freilegung der Drähte wird das Templat entfernt [57-59]. Ein solcher Verbund aus Drähten ist schematisch in Abbildung 1-1a und elektronenmikroskopisch in Abbildung 1-1b und c dargestellt (Die beiden Bilder entsprechen den Abbildungen 6.4a und 6.5b; beide mit Erlaubnis entnommen aus [5]).

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird der Begriff des Arrays in der Form wie er in Abbildung 1-1 dargestellt und oben definiert ist, folgendermaßen abgekürzt:

(a) Wenn es sich um ein Array aus Drähten mit einem Drahtdurchmesser von kleiner als 100 nm handelt, wird das Array als „**Nanodrahtarray**“, abgekürzt „**NDA**“, bezeichnet.

(b) Das Array wird als „**Submikrodrahtarray**“, abgekürzt „**SDA**“, bezeichnet, wenn der Drahtdurchmesser größer als 100 nm und kleiner als 1 μm ist.

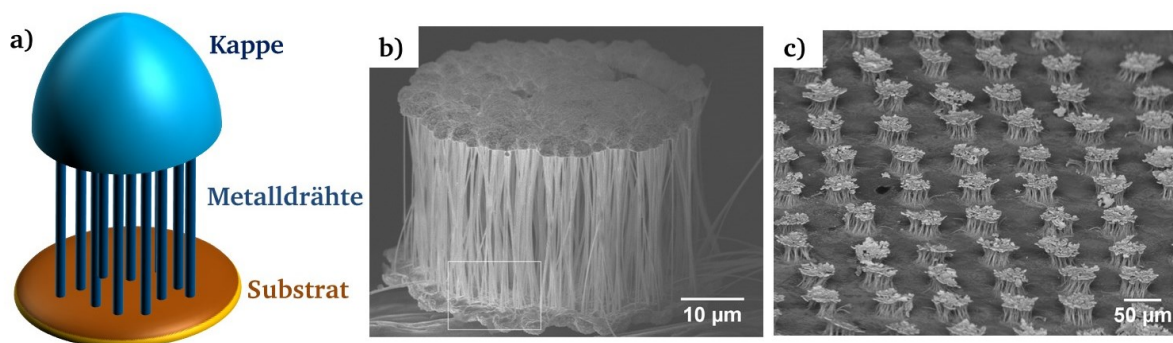


Abbildung 1-1: a) Schematische Darstellung eines Arrays, welches aus ND bzw. SD besteht und auf einem Substrat gewachsen ist. b) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme: Zahlreiche, metallische ND, die über eine metallische Kappe verbunden und stabilisiert sind und das NDA bilden. Mit Erlaubnis entnommen aus [5]: Abbildung 6.4a. c) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme: mehrere simultan abgeschiedene NDAs, die nebeneinander angeordnet sind. Mit Erlaubnis entnommen aus [5]: Abbildung 6.5b.

Des Weiteren werden in der vorliegenden Dissertation die geometrischen Eigenschaften eines Arrays wie folgt zusammengefasst:

(a) **Gestalt:** Zur Gestalt zählen die geometrische Form der Arraygrundfläche und die stochastische Drahtflächendichte, aus der sich die ungefähre Anzahl der parallelen Drähte unterhalb der Kappe ergibt.

(b) **Größe:** Zur Größe zählen der Drahtdurchmesser, die Drahtlänge und die Größe der Arraygrundfläche.

Besitzen zwei oder mehrere Arrays die gleiche Gestalt und die gleiche Größe gehören sie zu einer **Konfiguration**.

1.2. Mechanische Charakterisierung von ND

Die mechanische Charakterisierung von ND ist Thema zahlreicher Publikationen, siehe z. B. Review [60]. Hierzu zählt beispielsweise die Bestimmung der Streckgrenze und des E-Moduls eines einzelnen ND mittels vertikaler Biegung im Rasterkraftmikroskop und der Aufzeichnung einer Kraft-Weg-Kurve [61-64]. Zudem kann durch die Resonanzfrequenz auf die elastischen Eigenschaften und das Bruchverhalten geschlossen werden [65-68].

Eine weitere Möglichkeit der mechanischen Charakterisierung liefert die Nanoindentation, bei der ein Messkopf mit einer definierten Geschwindigkeit und Kraft in den ND eindringt, für eine bestimmte Zeit gehalten wird und wieder austritt. Die Kraft-Weg-Kurven bzw. Eindringtiefen liefern Informationen über die Härte und den E-Modul des ND [62, 69-76].

Über das Rasterkraftmikroskop gelingt an einzelnen ND eine laterale Krafteinleitung, was eine laterale Verschiebung bewirkt. Diese wird im Rasterelektronenmikroskop gemessen. Die Methode wird von einigen Forschern gewählt, weil darüber mechanische Eigenschaften wie Härte, E-Modul, Biegefestigkeit, Streck- und Dehngrenze bestimmt werden können [77-80].

Die Idee für die mechanische Charakterisierung der NDAs und SDAs in der vorliegenden Dissertation basiert auf der Simulation einer Beschleunigung durch eine laterale Krafteinleitung. Diese laterale Kraft entspricht der Beschleunigung, die während des Sensorbetriebs (nähere Details in Unterkapitel 1.3) auf die Arrays wirkt und eine Verschiebung verursacht.

1.3. Nanotechnologische Integration von NDAs in einem miniaturisierten Sensor

Der Begriff „Nanotechnologie“ bezeichnet wissenschaftliche Techniken, die sich zum einen mit der Herstellung, Charakterisierung und Modifikation von Nanoobjekten beschäftigen und zum anderen auch mit der Integration von „Nanoobjekten“ in größere Mikrosysteme, um eine bestimmte Funktion zu erfüllen (Mikro-Nano-Integration) [81-83]. „Nanoobjekte“ verfügen im Vergleich zu „Mikroobjekten“ über eine deutlich reduzierte Grundfläche, wodurch sie auf noch kleinerem verfügbarem Raum eingesetzt werden können [10]. Zudem sind „Nanoobjekte“ aufgrund der kleineren Größe relativ kostengünstig und materialsparend. Aufgrund des deutlich erhöhten Aspektverhältnisses (Verhältnis der Drahtlänge zum Drahtdurchmesser) ist mit einer gesteigerten Empfindlichkeit, Reaktivität und Geschwindigkeit von chemischen und physikalischen Vorgängen, wie z. B. katalytische Reaktionen und dem mechanischen Verhalten [10, 84] im Vergleich zu den größeren „Mikroobjekten“ zu rechnen.

Ein „Nanoobjekt“ ist definiert als eine Ansammlung von Atomen oder Molekülen, welche in mindestens einer Dimension eine Größe zwischen 1 nm und 100 nm aufweist [84]. Für die Arrays entspricht der Drahtdurchmesser dieser Dimension. Unterschieden wird bei Nanoobjekten zwischen kugelförmigen Nanopartikeln (0-dimensional), stäbchenförmigen Nanofasern, -drähten oder -röhren (1-dimensional), schichtartigen Nanoplaten (2-dimensional) und einer Zusammensetzung aus den oben genannten Objekten zu komplexen Nanostrukturen (3-dimensional) [5, 84].

Die Herstellungsverfahren von Nanoobjekten sind sehr vielfältig. Sie können z. B. über lithographische Prozesse mittels Elektronen- und Ionenstrahlen, chemischen und physikalischen Abscheidungen [29], Sol-Gel-Prozessen [85] und durch elektrochemische Abscheidung in Templaten erzeugt werden [38].

Heutzutage ist die Nanotechnologie, gerade wegen der immer wichtiger werdenden Miniaturisierung von vor allem elektronischen Sensoren aufgrund der immer kleiner werdenden Bauteile in vielen Anwendungsbereichen vertreten, wie z. B. die Elektronik, Bio- und Informationstechnologie, Medizintechnik und Materialwissenschaften [81, 84, 86-89]. Besonders im Bereich der Sensorik gewinnt die Integration von Nanoobjekten in mikroelektromechanischen Systemen, abgekürzt „MEMS“, immer mehr an Bedeutung. Ein MEMS ist ein miniaturisiertes, elektronisches Bauteil, welches aus mehreren Komponenten besteht und mechanische und elektrische Informationen verarbeiten kann. Eine Komponente des MEMS ist ein funktionelles Objekt, welches auf äußere mechanische Einflüsse empfindlich in Form von relativen Auslenkungen reagiert und dadurch elektrische Signale generiert.

Ein Sensor ist allgemein ein Wandler einer physikalischen Größe in ein elektrisches Signal [90]. Der Sensor besteht aus drei Hauptkomponenten, die eine bestimmte Funktion erfüllen: (a) „Aufnehmer“: Aufnehmen der physikalischen Größe. (b) „Wandler“: Umwandeln der physikalischen Größe in ein kleines elektrisches Signal. (c) „Verstärker“: Verstärken des kleinen elektrischen Signals zu einem großen, detektierbaren elektrischen Signal [90]. Neben chemischen Sensoren [13, 34, 91-97] und Gasflusssensoren [11, 35, 98, 99], werden Nanoobjekte auch im mechanischen Bereich als Druck- bzw. Kraftsensoren eingesetzt [10]. Als Innovation sollen vor allem komplexe dreidimensionale Nanostrukturen den Einsatz als Feder-Masse-Element in einem neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensor finden [10, 100-104].

Die Literatur zeigt sehr viele Ansätze und Möglichkeiten Beschleunigungssensoren zu realisieren. Die meisten Konzepte basieren auf der Silizium-Technologie [105-114]. Die Vorteile der Silizium-Technologie sind u. a. die hohe Verfügbarkeit des Siliziums und damit verbunden

eine kostengünstige Materialbeschaffung. Auch die Technologie der Weiterverarbeitung des Siliziums, wie die Verarbeitung zu Einkristallen oder das selektive Ätzen zur Produktion von Feder-Masse-Elementen ist bis ins Detail verstanden und zuverlässig einsetzbar. Des Weiteren hat Silizium den Vorteil, dass seine elektrischen Eigenschaften, aufgrund seines Halbleiter-Charakters, leicht durch Dotierungen eingestellt werden können [90]. Das Konzept, das der geplanten Anwendung am ähnlichsten ist, besteht aus einem geätzten Siliziumbalken, der als Feder-Masse-Element fungiert [105, 106, 108, 115].

Das Hauptkriterium, warum es überhaupt für die Wissenschaft wichtig ist, einen neuartigen Beschleunigungssensor herzustellen, ist die Verkleinerung des verfügbaren Platzes in beispielweise Handys oder auf den Spitzen kleiner Herzkatheter. Kommerzielle Silizium-Sensoren haben typische Abmessungen von mehreren hundert μm und sind bzw. werden in Zukunft zu groß sein, um sie in miniaturisierten Geräten, in denen sehr wenig Platz zur Verfügung steht, einzusetzen.

Als Innovation ist geplant, dass (a) ein NDA bzw. ein SDA als Feder-Masse-Element in einem Mikrosystem integriert wird und dadurch aufgrund des hohen Aspektverhältnisses im Vergleich zu den aktuell eingesetzten, größeren Siliziumsensoren theoretisch (b) eine gesteigerte Empfindlichkeit bei gleichzeitig (c) verringerter Ansprechzeit gegeben ist. (d) Da das Array eine deutlich kleinere Grundfläche aufweist, kann es auf viel kleineren Flächen eingesetzt werden.

Das Ziel ist es, eindimensionale ND, statt eines Siliziumbalkens, auf einem Substrat mit einer Kappe, statt einer großen seismischen Siliziummasse, zu verbinden und als Feder-Masse-Element in ein MEMS zu integrieren. Dieses wird durch laterale Biegekräfte/Beschleunigungen, z. B. im Gravitationsfeld ausgelenkt und fällt durch die federnde Eigenschaft wieder in die Ausgangsposition zurück, sobald keine Kraft/Beschleunigung mehr wirkt. Je nach Messprinzip sind über dem Array eine stationäre Elektrode bzw. ein magnetoresistiver Sensor verbaut, die die auftretende Auslenkung kapazitiv bzw. magnetoresistiv detektieren. Das Funktionsprinzip des neuartigen Beschleunigungssensors ist in Abbildung 1-2 schematisch dargestellt.

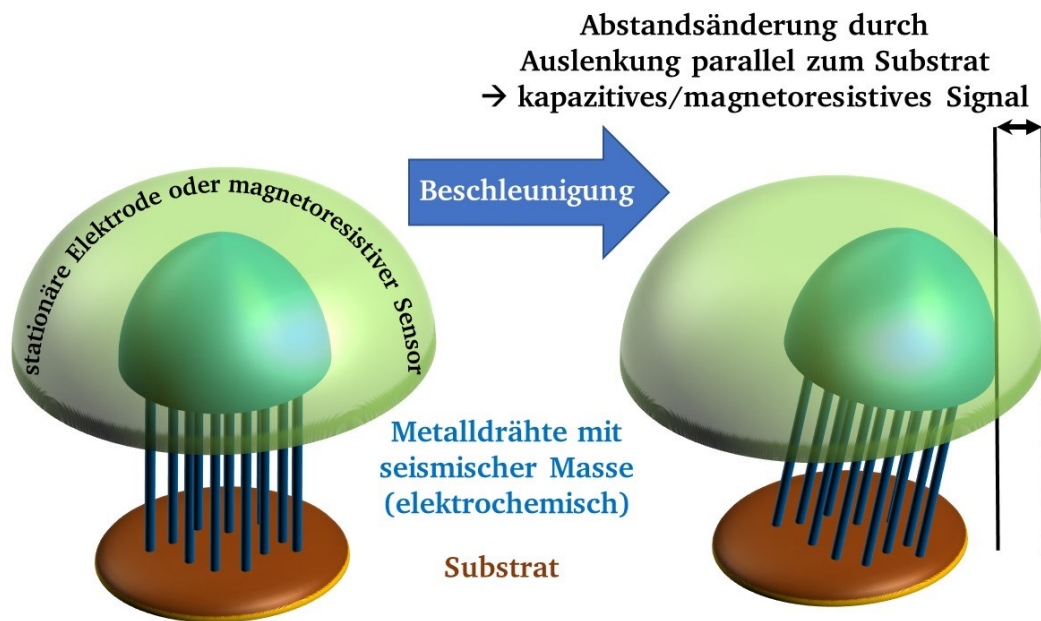


Abbildung 1-2: Schematische Darstellung des Sensorprinzips des neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensors, bei dem ein NDA als Feder-Masse-Element zum Einsatz kommen soll.

Je nach Material des NDAs erfolgt die Detektion kapazitiv oder magnetoresistiv. Bei ersterem kann das System als Kondensator angesehen werden, an dem eine elektrische Spannung anliegt. Kommt es durch die Auslenkung des Arrays zu einer kleinen Änderung des Abstandes zwischen den beiden „Kondensator-Platten“, ändert sich die Kapazität, die über die Elektronik gemessen werden kann. Letzteres Messprinzip, das magnetoresistive, beruht auf der Tatsache, dass bei der Bewegung eines magnetischen Materials im Magnetfeld eine Änderung der magnetischen Flussdichte detektiert werden kann. Der Vorteil des magnetoresistiven Prinzips ist im Vergleich zum kapazitiven Prinzip die geringere Störanfälligkeit auf äußere Einflüsse, wie Temperatur und elektrische Felder.

Ein ähnliches Funktionsprinzip bei einem Sensor, der aus einem mit einer metallischen Masse umgebenen Einzeldraht besteht, ist in Abbildung 1-3a dargestellt (Das Bild entspricht der Abbildung 5.22; mit Erlaubnis entnommen aus [10]).

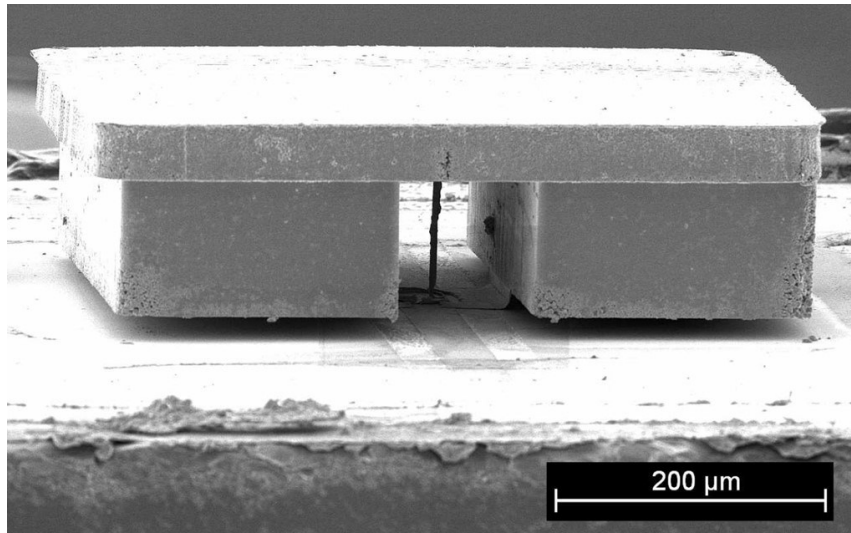


Abbildung 1-3: a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines von einer metallischen Masse umgebenen metallischen Einzeldrahts, der als Feder-Masse-Element fungieren soll. Mit Erlaubnis entnommen aus [10]: Abbildung 5.22.

Die oben beschriebene Einsatzmöglichkeit von NDAs als funktionale Federelemente in MEMS ist in [4, 5, 10, 116, 117] postuliert. Die Theorie besagt, dass NDAs und SDAs in Bezug auf die Biegebelastung vor allem bei Mehrfachbelastungen stabiler sind als einzelne Drähte. Des Weiteren können theoretisch die mechanischen Biegeeigenschaften der NDAs über ihre Eigenschaften (Drahtdurchmesser, -anzahl und -länge) eingestellt werden. Die Ergebnisse dieser mechanischen Adaptierbarkeit sind wichtig, um eine Auswahl für den Einsatz im Sensor treffen zu können.

1.4. Zielsetzung

Den Vorarbeiten folgend und der Frage nachgehend, ob NDAs gegenüber lateralen Biegebelastungen stabil sind und kleinere Federkonstanten aufweisen als vergleichbare SDAs, und ob die mechanischen Biegeeigenschaften der NDAs und SDAs über ihre geometrischen Eigenschaften adaptierbar sind und damit die Arrays potentiell für den Einsatz als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor geeignet sind, ergeben sich die Ziele der vorliegenden Dissertation:

- (1) **Synthese und Optimierung von NDAs und SDAs aus Platin in unterschiedlicher Gestalt und Größe:**
 - (a) Die Platin-NDAs aus [5] sollten reproduziert werden und durch eine Anpassung der Herstellungsbedingungen optimiert werden, so dass bestimmte Qualitätsmerkmale erfüllt werden, um sie einer mechanischen Charakterisierung unterziehen zu können.

(b) Durch Anpassung der Templatherstellung sollten Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe vom Nanometer- bis in den Submikrometerbereich hergestellt werden.

(c) Es sollte eine Auswahl getroffen werden, welche Arrays zur mechanischen Charakterisierung herangezogen werden sollten.

(2) **Synthese und Optimierung von NDAs und SDAs aus Nickel-Eisen in unterschiedlicher Gestalt und Größe:**

Die Synthese der NDAs und SDAs aus Nickel-Eisen sollte nach den gleichen Qualitätsmerkmalen in gleicher Gestalt und Größe erfolgen wie es bei Platin der Fall war.

(3) **Mechanische Charakterisierung der ausgewählten NDAs und SDAs:**

(a) Für eine mechanische Charakterisierung sollte ein Nanokraftmessplatz konzipiert, aufgebaut und getestet werden und zunächst das „Proof-of-Principle“ der mechanischen Charakterisierung gezeigt werden.

(b) Nach erfolgreichen Vorversuchen sollten an ausgewählten NDAs und SDAs aus Platin und Nickel-Eisen in unterschiedlicher Gestalt und Größe die jeweiligen Federkonstanten ermittelt werden.

(c) Ein Vergleich der gemessenen Federkonstanten untereinander sollte eine mögliche Korrelation mit der Gestalt und Größe bzw. dem Material der Arrays zeigen.

(d) Zudem sollte überprüft werden, ob die gemessenen Federkonstanten über ein einfaches analytisches Modell vorhergesagt werden können.

(e) Es sollte eingeschätzt werden, ob die NDAs bzw. SDAs für den Einsatz als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor geeignet sind.

Um abschätzen zu können, ob NDAs und SDAs für die Anwendung in Beschleunigungssensoren geeignet sind, mussten Einflüsse von Gestalt und Größe auf die Federkonstante untersucht werden. Es war zu klären, ob es überhaupt möglich ist, durch eine optimierte Synthese Arrays in geeigneter Gestalt und Größe herzustellen. Je nach Detektionsart kann der Sensor kapazitiv oder magnetoresistiv betrieben werden. Die Motivation für das erste Ziel war der mögliche Einsatz in einem kapazitiven Sensor; hierfür wird Platin herangezogen. Für das zweite Ziel war es die Motivation eines möglichen Einsatzes in der magnetoresistiven Sensorik, wozu Nickel-Eisen verwendet werden sollte. Für das dritte Ziel sollten die Fragen geklärt werden, ob es überhaupt gelingt, die mechanischen Eigenschaften, die Federkonstanten, der Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe zu ermitteln. Weiterhin sollte untersucht werden, ob Korrelationen untereinander beobachtet und somit die mechanischen Eigenschaften der Arrays

gezielt über die geometrischen Eigenschaften eingestellt werden können. Zusätzlich sollte untersucht werden, ob die gemessenen Federkonstanten theoretisch vorhergesagt werden können.

Die Ziele und die Motivation der Dissertation sind in Abbildung 1-4 graphisch veranschaulicht.

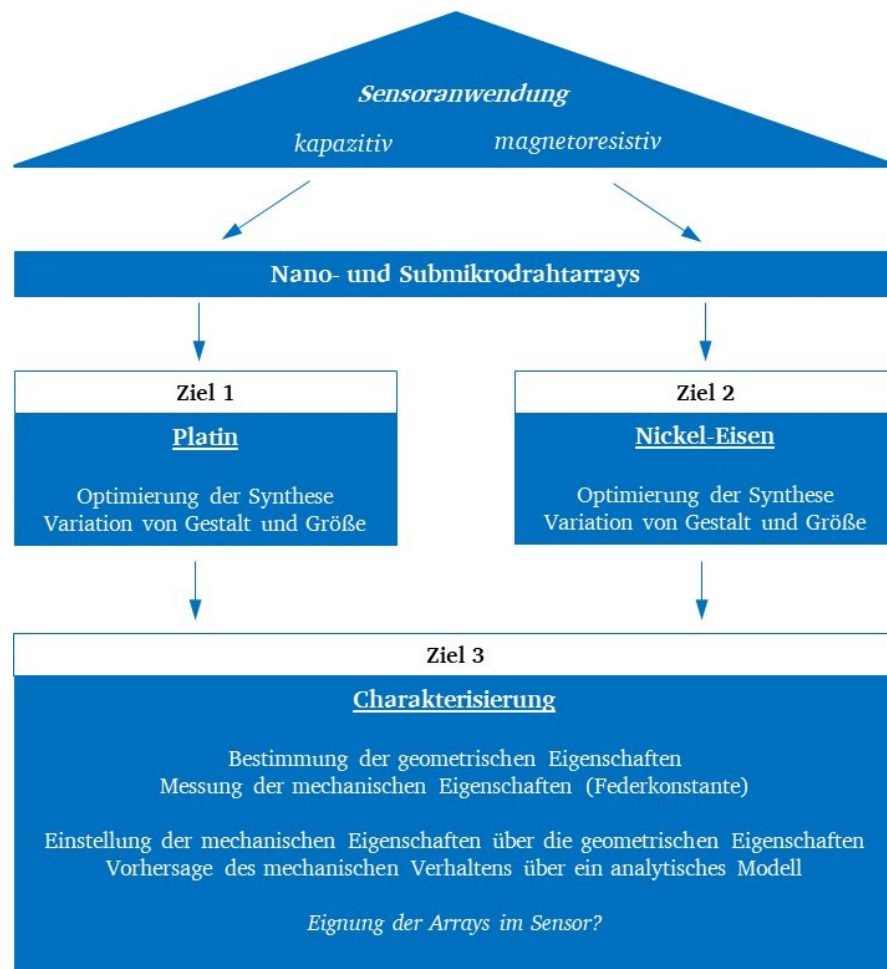


Abbildung 1-4: Graphische Veranschaulichung der Ziele und der Motivation der vorliegenden Dissertation.

1.5. Aufbau der Dissertation

Die vorliegende Dissertation ist in acht Kapitel gegliedert. Nachdem in Kapitel 1 die Einleitung und Motivation des Forschungsgegenstandes und der aktuelle Stand der Technik zu den Themen der Array-Synthese, der mechanischen Charakterisierung von ND, die potentielle Anwendungsmöglichkeit der Arrays in MEMS und der Definition der Ziele thematisiert worden sind, klärt Kapitel 2 die theoretischen Grundlagen der verwendeten Methoden und Gleichungen und stellt die eingesetzten Materialien vor. Kapitel 3 umfasst die experimentellen Arbeiten im Detail und erläutert die Gründe warum die jeweiligen Schritte gewählt wurden. In Kapitel 4 werden alle Ergebnisse thematisiert und diskutiert, die mit der Synthese der Arrays in

Verbindung stehen. Kapitel 5 beinhaltet die Ergebnisse und die Diskussion der mechanischen Charakterisierung der Arrays. In Kapitel 6 werden die gewonnenen Erkenntnisse der Forschungsarbeit zusammengefasst und daraus ein Fazit gezogen. Abschließend werden in Kapitel 7 die durch diese Dissertation neu eröffneten Forschungsthemen beschrieben. Alle Informationen zu den verwendeten Geräten, der benutzten Software, den eingesetzten Chemikalien und speziellen physikalischen Einheiten sind in der Niederschrift als hochgestellte Zahlenindizes zu finden und im letzten Abschnitt der Arbeit, im Anhang, im Geräte-, Software-, Chemikalien- und Einheitenverzeichnis aufgeführt. Zudem verfügt die Dissertation über einen elektronischen, technischen Anhang, der als CD-ROM zur Verfügung steht. Im technischen Anhang zu finden sind zum einen alle Rohdaten zu den Einzelmessungen der mechanischen Charakterisierung, inklusive graphischer Auftragungen, Videomaterial von ausgewählten Messszenarien am Nanokraftmessplatz, Messunsicherheiten bei der Bestimmung der Federkonstante und das vollständige Skript des Makros zur Auswertung der Kraft-Weg-Kurven. Zum anderen enthält der technische Anhang die CAD-Dateien⁹, die das Design der Bestrahlungsmasken beinhalten, die theoretischen Berechnungen der Federkonstanten und die Einzelmesswerte zur Bestimmung der Drahtdurchmesser. In der vorliegenden Dissertation sind alle mikroskopischen Bilder mit einem Balken versehen, der den Maßstab repräsentiert. Die Länge des Balkens ist in der jeweiligen Bildunterschrift in Klammern angegeben, wenn z. B. bei einem Bild der Maßstabsbalken 10 μm lang ist, steht in der Bildunterschrift „(M. 10 μm)“. Tabellen sind mit einer markanten Linie an der linken Seite versehen, um schneller zu sehen, um welche Art von Tabelle es sich handelt: Eine schwarze Linie gilt allgemein, eine blaue Linie gilt für das Material Platin und eine grüne Linie für das Material Nickel-Eisen. In Kapitel 5 sind zusätzliche farbige Linien an den Tabellen vorhanden. Diese Farben beziehen sich auf die farbigen Bereiche in den Graphen zur Darstellung der minimalen und maximalen Federkonstanten (siehe z. B. Abbildung 5-6).

2. Materialien und Methoden

Kapitel 2 behandelt die theoretischen Grundlagen der verwendeten Methoden und Gleichungen und stellt die eingesetzten Materialien vor. Das Unterkapitel 2.1 beschreibt mit Beispielen aus der Fachliteratur speziell die Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode sowie die elektrochemische Abscheidung von NDAs und SDAs aus Platin und Nickel-Eisen. Das nachfolgende Unterkapitel 2.2 stellt zwei Methoden vor, mit denen die Arrays aus dem Templat freigelegt werden können. Die freigelegten Arrays werden mit dem Rasterelektronenmikroskop hinsichtlich ihrer Qualitätsmerkmale überprüft und im Fall von Nickel-Eisen wird mit der energiedispersiven Röntgenspektrometrie zusätzlich deren Zusammensetzung bestimmt. Die Grundlagen für diese Methoden befinden sich im Unterkapitel 2.3. Ausgewählte Drahtarrays werden mechanisch an einem neu konzipierten und neu aufgebauten Nanokraftmessplatz charakterisiert. Der Aufbau, die technischen Daten und die Steuerung des Nanokraftmessplatzes sind im Unterkapitel 2.4 thematisiert. Sowohl für die elektrochemische Abscheidung als auch für den Nanokraftmessplatz werden Software benötigt. Die grundlegenden Funktionen dieser Software sind im Unterkapitel 2.5 erklärt. Unterkapitel 2.6 zeigt eine Beschreibung eines analytischen Modells, mit dem die Federkonstanten eines Arrays mit definierter Gestalt und Größe theoretisch vorhergesagt werden können und geht auf die Fehlerbetrachtung ein. Den Abschluss macht das Unterkapitel 2.7 mit einer Beschreibung der Grundlagen und den mathematischen Zusammenhängen der differentiell kapazitiven Detektion.

2.1. Templatmethode

Allgemein ist die Templatmethode ein bewährtes Verfahren, um ND und SD herzustellen [118]. Es gibt sehr viele Arten von Templaten, wie z. B. poröses Aluminiumoxid [85, 119, 120], Diblock-Copolymere [24, 121], poröses Titandioxid [122], poröse Glastemplate [123], poröse Siliziumdioxidtemplate [124] und ionenspurgeätzte Polymerfolien unterschiedlicher Art [8, 26, 85, 125-128]. Alle Verfahren beruhen auf dem gleichen Prinzip: In den Templaten sind nano- oder submikrometerskalige Kanäle vorhanden, die elektrochemisch mit Material gefüllt werden können. Am Ende des Prozesses werden die Template entfernt und die ND bzw. SD liegen frei vor. Der Unterschied zwischen den Verfahren liegt in der Herstellungsmethode der Template. Wo aus reinem Aluminium durch einen einfachen elektrochemischen Prozess im sauren Medium poröses Aluminiumoxid mit nanometerskaligen Kanälen erzeugt wird [85, 129], muss bei den Diblock-Copolymeren ein komplizierter, mehrstufiger Prozess aus Erhitzung, elektrischer Spannung, Abkühlung und UV-Behandlung angewandt werden [24,

121]. Die Nachteile dieser Methoden sind der zeitliche Aufwand und die Limitierung auf bestimmte Kanalgrößen und Templatdicken.

Ionenspurgeätzte Polycarbonattemplete, die an der GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH (GSI) in Darmstadt hergestellt werden, haben sich in den für diese Dissertation durchgeführten Experimenten als ideales Templatmaterial erwiesen, da sie einige Vorteile gegenüber den anderen Templaten bieten und die speziellen Voraussetzungen für die Herstellung der metallischen Drahtarrays erfüllen:

- (a) Über die Templatdicke lässt sich die Länge der Kanäle und damit die der Drähte einstellen.
- (b) Eine Lochmaske kann problemlos zum Einsatz kommen, um die Ionenspuren lokal zu begrenzen (Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode).
- (c) Über die Ionenstrahlflächendichte kann die Flächendichte der Kanäle und damit die ungefähre Anzahl der Drähte pro Fläche variiert werden.
- (d) Es entstehen latente Ionenspuren im Material [130].
- (e) Die latenten Ionenspuren sind überwiegend streng parallel [8].
- (f) Über die Ätzzeit der Polymertemplate können die latenten Ionenspuren zu zylindrischen Kanälen unterschiedlichen Durchmessers aufgeweitet werden [131].
- (g) Da Polycarbonat selbst elektrisch isolierend, temperaturstabil über den benötigten Bereich und überwiegend resistent gegen saure und basische Medien ist, eignet es sich besonders für elektrochemische Abscheidungen im Inneren der Kanäle bei unterschiedlichen Elektrolyttemperaturen und pH-Werten. Die elektrochemische Abscheidung der Metalldrähte kann genau gesteuert und die Größe der Überwachung über die Abscheidezeit geregelt werden.
- (h) Die vollständige Freilegung der Drähte durch das Auflösen der Templatfolie funktioniert zuverlässig und rückstandslos [132-134].

2.1.1. Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode

Für die Herstellung von Drahtarrays müssen die Ionenspuren lokal begrenzt werden. Das gelingt durch Lochmasken, die zwischen der Polymerfolie und dem darauf auftreffenden Ionenstrahl bei der Bestrahlung eingebaut werden [5, 57-59, 135]. Das Lochmaskenmaterial muss gegenüber dem Ionenstrahl resistent sein und die Dicke der Maske muss so gewählt sein, dass die Energie des Ionenstrahls über die gesamte Dicke vollständig absorbiert wird.

Andererseits muss es noch möglich sein, Formen in Form von Löchern hineinzubringen. Wenn diese beiden Kriterien nicht erfüllt sind, kommt es zu einer vollflächigen Bestrahlung des Templats und eine lokale Erzeugung von Ionenspuren ist unmöglich. Die Dicke der Maske, bei dem der Ionenstrahl völlig ausgebremst wird, kann über die Software SRIM (The Stopping and Range of Ions in Matter)¹ berechnet werden. Ein weiterer Vorteil bei der Verwendung von Lochmasken ist die Produktion von vielen Löchern auf einer Fläche durch ein geeignetes Design, was dann zu vielen simultan abgeschiedenen Arrays führt.

Der gesamte Prozess der Bestrahlung bis hin zur Freilegung der Drahtarrays ist in Abbildung 2-1 schematisch dargestellt: (a) und (b) Schwerionen mit einer Energie von 11,4 MeV pro Nukleon werden durch eine Lochmaske geführt und bestrahlen die Polymerfolie nur in den definierten Bereichen. Dabei bewirkt jedes Ion eine Schädigung der Polymerketten entlang des Flugpfades, die als latente Ionenspur bezeichnet wird [136]. (c) In einem nasschemischen Prozess bei einer definierten Temperatur werden die latenten Ionenspuren, die stochastisch verteilt sind, zu zylindrischen Kanälen aufgeweitet. Die Ätzzeit ist dabei maßgebend für den Durchmesser der Kanäle. Dabei werden die geschädigten Polymerketten irreversibel zerstört [134, 137]. Für den elektrischen Kontakt wird Gold auf eine Seite des Polymers gesputtert und mit einer Kupferschicht verstärkt. Diese Schicht dient als Kathode für die elektrochemische Abscheidung der Metalldrähte innerhalb des Templats. (d) Anschließend werden die Drähte in dem Templat elektrochemisch abgeschieden. Nachdem das Templat vollständig mit Metall gefüllt ist, wird die Abscheidung fortgeführt und an jedem einzelnen Draht entstehen kleine, halbkugelförmige Kappen auf der Oberfläche des Templates. Diese einzelnen Kappen wachsen mit der Zeit an, koaleszieren und bilden den Verbund von Drähten, das Array. Im folgenden Unterkapitel 2.1.2 wird auf die elektrochemische Abscheidung genauer eingegangen. (e) Für freistehende Arrays wird das Polymer abschließend entfernt. Weitere Details zu der Freilegung folgen in Unterkapitel 2.2.

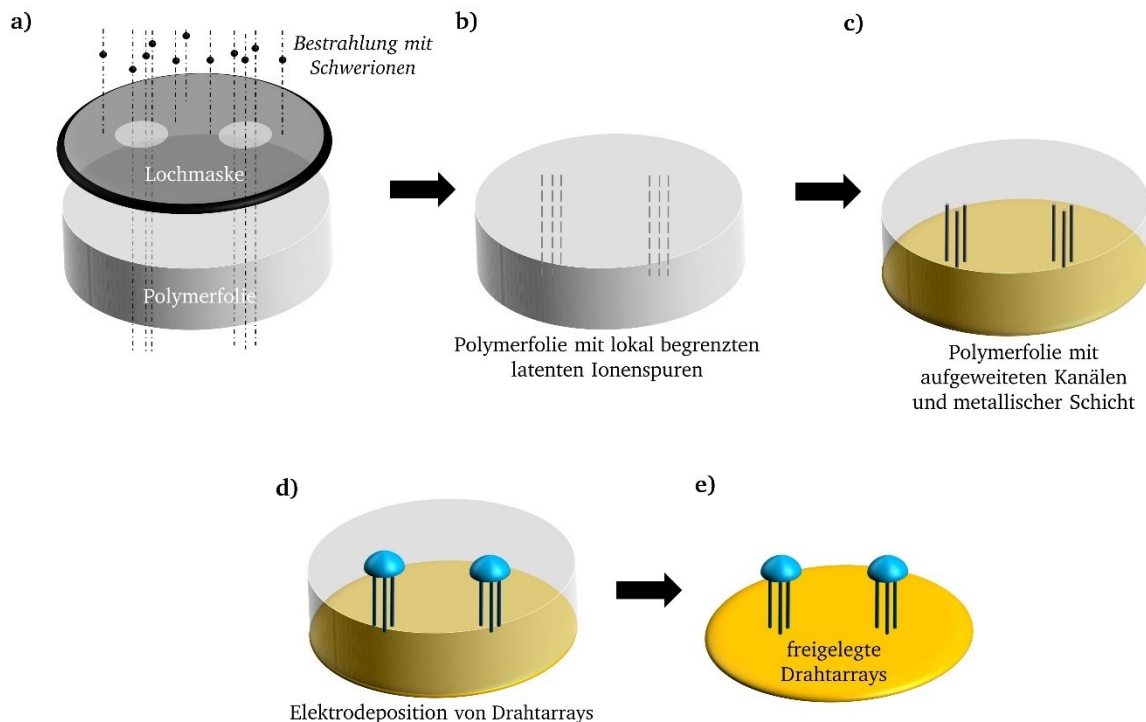


Abbildung 2-1: Schematischer Verlauf der Drahtarrayherstellung von der Bestrahlung der Template bis zur Freilegung der elektrochemisch abgeschiedenen Drahtarrays: a) und b) Schwerionen werden durch eine Lochmaske beschleunigt und erzeugen lokal begrenzte latente Ionenspuren, die anschließend zu zylindrischen Kanälen aufgeweitet werden. c) Als Kathode fungiert eine einseitig auf das Polymer aufgesputterte Goldschicht, die mit Kupfer verstärkt ist. d) Nachdem die Kanäle elektrochemisch vollständig mit Metall gefüllt sind, wird die Abscheidung fortgeführt und es entsteht eine halbkugelförmige Kappe auf der Oberfläche des Templates, die die einzelnen Drähte zusammenhält. e) Für freistehende Drahtarrays wird das Polymer abschließend entfernt.

Die oben genannten Vorteile der Ionenspurn-Templatmethode mit ionenspurgewässerten Polymeren sind notwendig um viele freistehende, metallische Drahtarrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe simultan elektrochemisch herstellen zu können.

2.1.2. Elektrodeposition von NDAs und SDAs

Neben der Elektrodeposition bei einer konstanten elektrischen Spannung bietet die gepulste Abscheidung eine schnellere Abscheiderate und berücksichtigt das Vorhandensein der elektrischen Doppelschicht und den optimierten Stofftransport während des Abscheidenvorgangs, was zu einem gleichmäßigeren Wachstum der Drähte führt [20, 138-144]. Zusätzlich können durch die gepulste Abscheidung bevorzugte Kristallstrukturen im Material selbst eingestellt werden [7, 145, 146]. Die elektrochemische Doppelschicht bildet sich in der Nähe der Elektrode aus und kann als Plattenkondensator angesehen werden [147]. Soll nun Metall abgeschieden werden, muss der „Kondensator“ erst aufgeladen werden, bevor es zur eigentlichen Metallabscheidung kommt. Ein typischer, repräsentativer detaillierter Ausschnitt aus einer Spannungs-Strom-Zeit-Kurve ist in Abbildung 2-2 abgebildet.

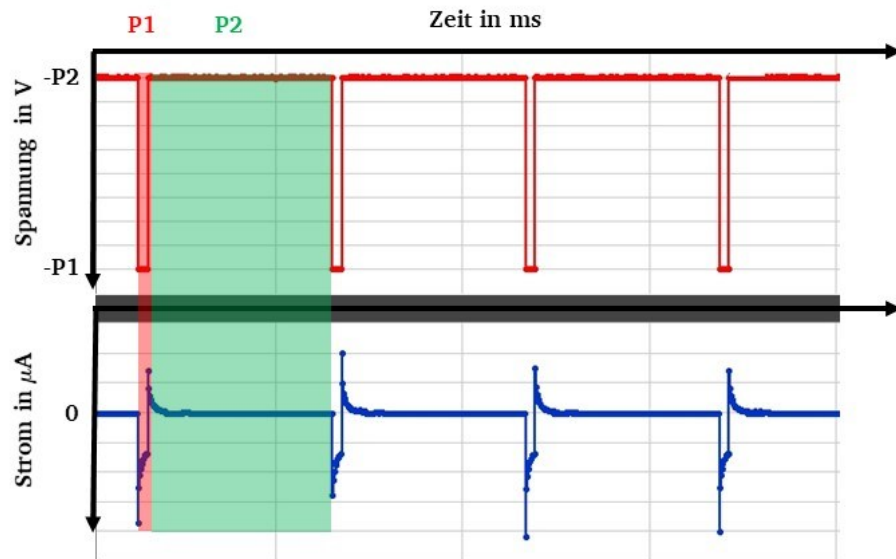


Abbildung 2-2: Repräsentativer Ausschnitt aus einer laufenden Abscheidung von Drahtarrays. Gezeigt ist eine Sequenz aus vier Pulsen, bestehend aus jeweils einem kathodischen Puls P1 mit einer Dauer von 50 ms und einem Ruhepuls P2 mit einer Dauer von 1000 ms.

Wird der kathodische Puls P1 angelegt, so kommt es zunächst zu einem Überpotential und zur Aufladung der elektrochemischen Doppelschicht in der Nähe der Elektrode, was im typischen Verlauf einer Exponentialfunktion des Stromes mit der Zeit zu beobachten ist. Nachdem die Doppelschicht komplett aufgeladen ist, was am Ende des kathodischen Pulses der Fall ist, beginnt die eigentliche Abscheidung von Metall für einen kurzen Augenblick innerhalb der Kanäle des Templats. Der anschließende relativ lange Ruhepuls P2, bei dem der Strom nahezu 0 µA beträgt, bewirkt eine diffusionsgesteuerte Anreicherung von Ionen in der Nähe der Kathodenoberfläche für den darauffolgenden kathodischen Abscheidepuls. Dieser Vorgang wird bis zu 24 h, je nach Größe der Arrays, wiederholt und führt zu einem gleichmäßigen Wachstum der Drähte. Bei vollständiger Füllung der Kanäle entstehen so die Drahtarrays.

Eine typische Strom-Ladung-Zeit-Kurve für die simultane elektrochemische Abscheidung mehrerer Arrays mit vier charakteristischen Bereichen (I-IV) ist in Abbildung 2-3a zu sehen. Jeder Bereich stellt ein Wachstumsstadium der Arrays dar, die jeweils in Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen an einem einzelnen Array in Abbildung 2-3b, c, d und e veranschaulicht sind.

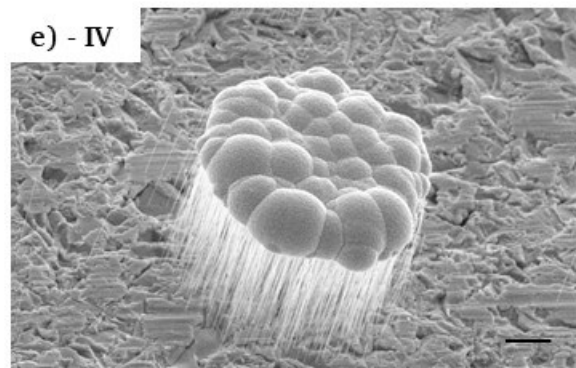
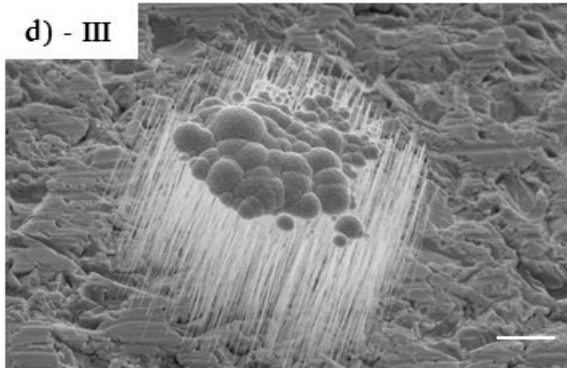
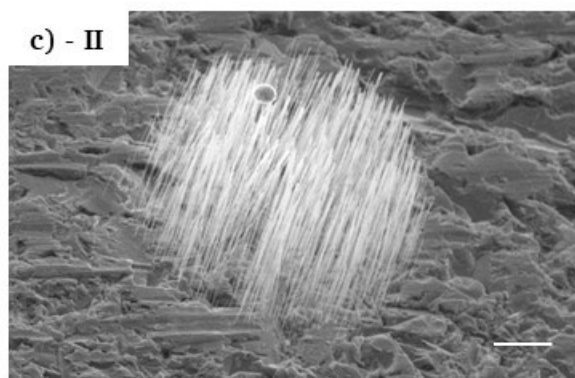
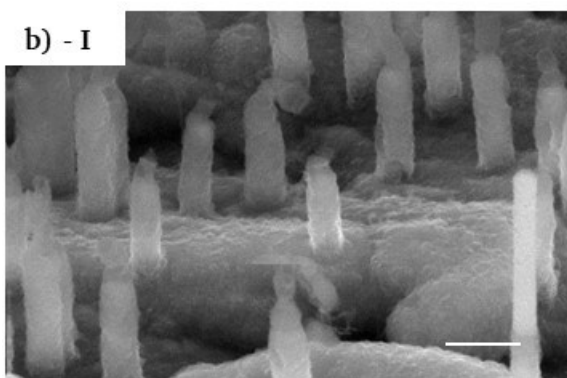
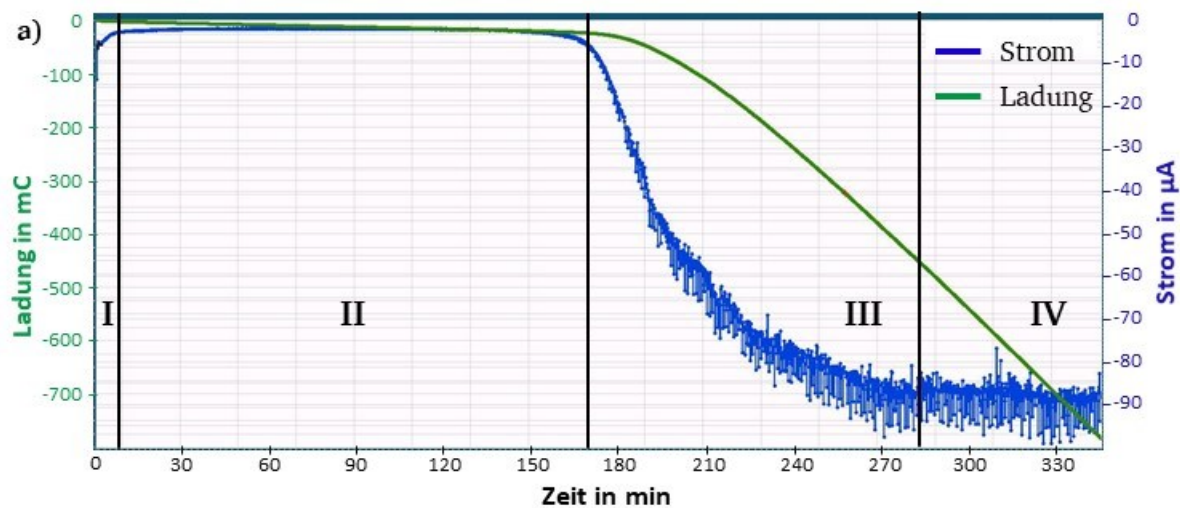


Abbildung 2-3: a) Typische Strom-Ladung-Zeit-Kurve für die Elektrodeposition der Drahtarrays mit vier charakteristischen Bereichen (I-IV). Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des im Templat gewachsenen und anschließend freigelegten Drahtarrays: b) Bereich I: Drahtansätze auf der kathodischen Rückschicht (45°-Blickwinkel) (M. 500 nm). c) Bereich II: gleichmäßiges Drahtwachstum im Templat (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm). d) Bereich III: Beginn des Kappenwachstums (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm). e) Bereich IV: gleichmäßiges Kappenwachstum beendet (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm).

Bereich I) Dieser Bereich ist durch die Aufladung der elektrochemischen Doppelschicht und die anschließende Ausbildung der Diffusionsschicht charakterisiert. Der Vorgang äußert sich in einem betragsmäßigen Abfall des Startstromes und einer Reduktion der Metallionen zu Metallatomen, die in unmittelbarer Nähe der Kathode vorliegen. Die ersten Drahtansätze sind zu erkennen.

Bereich II) In diesem Bereich findet gleichmäßiges Drahtwachstum innerhalb des Templots statt. Der Strom bleibt annähernd konstant, da sich die Abscheidefläche nicht verändert.

Bereich III) Wird die Abscheidung nach Erreichen der Templotoberfläche fortgesetzt, entstehen einzelne halbkugelförmige Kappen auf jedem einzelnen Draht, welche im weiteren Verlauf zusammenwachsen. Der Strom steigt betragsmäßig um ein Vielfaches an, da sich die Abscheidefläche, durch das Entstehen der Kappen, um ein Vielfaches vergrößert.

Bereich IV) Im Idealfall sind am Ende des dritten Bereichs alle einzelnen Kappen gleichmäßig zu einer großen Kappe, die die Drähte zusammenhält, zusammengewachsen. Der weitere Abscheideverlauf ähnelt dem einer Schichtabscheidung. Dieser Bereich ist durch einen annähernd konstanten Strom bestimmt, da sich die Abscheidefläche kaum noch ändert [41, 148-153].

2.1.3. Platin

Die elektrochemische Abscheidung von Platin wird schon seit Mitte des 19. Jahrhunderts praktiziert [154]. Seither gibt es etliche wissenschaftliche Studien zur Abscheidung von Platinschichten und Patente zu speziellen Prozessen, z. B. [155, 156]. Die Abscheidung des Platins findet meist aus einem sauren oder alkalischen Elektrolyten über chemische Komplexe statt [157]. Zu Untersuchungen über Platin-ND gibt es viele Publikationen, wie beispielsweise [13, 145, 158-160]. Einzigartig dagegen ist die Herstellung von Platin-NDAs, bei denen einzelne ND mit einer Kappe als Verbund zusammengehalten und stabilisiert sind [4, 5].

Platin gehört zur Gruppe der Edelmetalle und zeichnet sich u. a. durch eine hohe Oxidations- und Temperaturstabilität, eine hohe elektrische Leitfähigkeit, einen großen E-Modul und einen kleinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten bei moderaten Temperaturen aus. Gleichzeitig lässt es sich, wie bereits oben erwähnt, zuverlässig aus Elektrolyten elektrochemisch abscheiden [161]. Diese Eigenschaften machen Platin attraktiv, um es z. B. in den Bereichen der Katalyse einzusetzen [38]. Für die Anwendung in einem geplanten neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensor sind die Eigenschaften von Platin von Vorteil. Durch die hohe Oxidationsbeständigkeit ist es resistent gegen u. a. freie Sauerstoffradikale, welche für die Freilegung der Arrays verwendet wurden. Die hohe elektrische Leitfähigkeit ist wichtig für den Einsatz als funktionales Element, wenn es um die Messung von Kapazitätsänderungen geht. Aufgrund seiner sehr kleinen thermischen Ausdehnung wird sich das Platin-Drahtarray in seinen Dimensionen aufgrund von Temperaturschwankungen kaum merklich verändern, was von großer Bedeutung ist, da der Platz auf dem Mikrochip im Beschleunigungssensor sehr klein sein wird. Der große E-Modul verspricht eine hohe Stabilität, wenn laterale Kräfte als

Biegebelastung auf das Array wirken, wie es später in der geplanten Sensoranwendung der Fall sein würde. Ein Nachteil ist auf den ersten Blick der Preis, der im Vergleich zu anderen Metallen sehr hoch ist (856,50 € pro Unze: Stand: 13.09.2019 [162]). Dadurch, dass jedoch nur kleine Mengen benötigt werden, da die Arrays in mikroskopischen Dimensionen hergestellt werden, relativiert sich der hohe Preis wieder. Erste erfolgreiche Versuche zur optimierten Abscheidung von Platin-NDAs konnten durch Anpassung der Abscheidebedingungen erzielt und die Kristalltextur und -größe eingestellt werden [145].

2.1.4. Nickel-Eisen

Als zweites Material wird die Legierung Nickel-Eisen herangezogen, da sie im Vergleich zu reinem Nickel bzw. reinem Eisen theoretisch bei einem Nickel/Eisen-Verhältnis von 80/20 Gew.-% eine besonders hohe Permeabilität aufweist [163], die für die magnetoresistive Detektion der Auslenkung des NDAs bzw. SDAs eine wichtige Rolle spielt. Nickel-Eisen-Schichten und Nickel-Eisen-ND in variierenden Verhältnissen werden laut Literatur oft verwendet [164-170]. Um Nickel und Eisen simultan elektrochemisch in einem gewünschten Verhältnis abzuscheiden, muss eine gepulste Elektrodeposition angewandt werden, bei der es zur sogenannten anomalen Codeposition von Nickel und Eisen kommt [171, 172]. Das Verhältnis von Nickel zu Eisen ist von der Elektrolytzusammensetzung, der Temperatur, dem pH-Wert, der Höhe und Dauer der Abscheidepulse abhängig. Für nähere Details sei auf [173-178] verwiesen. Neben der hohen magnetischen Permeabilität zeichnen sich Nickel-Eisen-Legierungen durch einen hohen E-Modul aus [179], was sie attraktiv für den geplanten neuartigen Sensor macht.

2.2. Freilegung der Arrays

Das Entfernen des Templatmaterials nach erfolgreicher elektrochemischer Synthese der Drahtarrays ist ein wichtiger Schritt zur Freilegung der Strukturen. In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen der beiden Methoden beschrieben, die aktuell Stand der Technik für die Auflösung von Polycarbonattemplat sind.

2.2.1. Nasschemisches Verfahren

Bei der nasschemischen Auflösung des Polymertemplates kommen Lösemittel zum Einsatz. Die gängigste Methode zur rückstandslosen Entfernung von Polycarbonat ist die Auflösung im organischen Lösemittel Dichlormethan [5]. Der Vorgang geht schnell und das Lösemittel muss nur zweimal ausgewechselt werden. Jedoch quillt das Polycarbonat beim Kontakt mit dem Dichlormethan auf. Das hat zur Folge, dass die Drähte im Templat mechanischen Kräften ausgesetzt sind, die zum Zusammenkleben oder sogar zum Abbrechen und Wegschwemmen

einzelner Drähte führen können, nachdem das Templat vollständig entfernt ist. Auf diese Weise kann ein Teil der Gestalt, die Anzahl der Drähte, nicht zuverlässig erhalten bleiben [180, 181]. Zudem ist dieser Prozess mit einem Risiko verbunden, da das Dichlormethan gesundheitsgefährlich und umweltbelastend ist und daher auf einen gewissenhaften Umgang und eine kontrollierte Entsorgung geachtet werden muss.

2.2.2. Trockenätzverfahren

Ein weiterer Prozess für das Freilegen der im Templat eingeschlossenen Drahtarrays ist das Trockenätzen. Ein Plasma erzeugt neben anderen Teilchen einen Strom aus freien Sauerstoffradikalen, der auf die Probe gelenkt wird, welche dadurch in drei Schritten isotrop chemisch verascht wird [12, 39, 57, 182, 183]:

- (a) Die Radikale werden an der Oberfläche adsorbiert und migrieren auf der Oberfläche.
- (b) Eine chemische Reaktion tritt zwischen den Radikalen und dem zu ätzenden Material ein. Dabei brechen die Kohlenstoffketten auf und es entstehen kleinere Moleküle als Gase.
- (c) Die Gase desorbieren von der Oberfläche.

Weitere Gase, wie z. B. Tetrafluormethan, erhöhen durch die vorhandenen Fluorradikale die Ätzrate. Stickstoff dient meist als Energieträger. Die Gasprodukte Kohlenmonoxid, Kohlendioxid und Wasser werden abgesaugt und die metallischen Strukturen, die im Polymer vorhanden sind, bleiben erhalten und werden durch den Prozess freigelegt [184, 185]. Die Vorteile der Methode gegenüber der nasschemischen Methode liegen in der wesentlich schonenderen Auflösung des Polymers und dem umweltschonenderen Ablauf, da mit keinen gesundheitsgefährlichen organischen Lösemitteln gearbeitet werden muss. Da Gase eingesetzt werden und Gase als Abfallprodukt entstehen, kommt es nicht zum Aufquellen des Polycarbonats und dem damit verbundenen Zusammenkleben bzw. Abbrechen oder Wegschwemmen der Drähte, wodurch die Gestalt der Arrays erhalten bleibt. Die Drähte stehen nach der Freilegung parallel nebeneinander und die geometrische Form der Arraygrundfläche bleibt erhalten. Durch das Trockenätzen gelingt es somit, die Ausbeute an stabilen Drahtarrays mit nahezu identischer Gestalt deutlich zu erhöhen, was für die mechanische Charakterisierung unabdingbar ist. Eine hohe Ausbeute ist vor allem für die Serienproduktion für die geplante Anwendung in den MEMS erforderlich. Um zuverlässige mechanische Eigenschaften zu erhalten, müssen die Arrays untereinander möglichst sehr ähnlich sein. Größere Abweichungen untereinander würden keine reproduzierbaren Ergebnisse des Biegeverhaltens liefern. Je weniger sich die untersuchten Arrays untereinander unterscheiden, desto mehr Arrays werden

die gleichen mechanischen Eigenschaften besitzen und können direkt in den MEMS verbaut werden.

2.3. Charakterisierungsmethode – Bestimmung der Eigenschaften nach der Synthese

2.3.1. Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) ist ein wissenschaftliches Instrument, mit dem Oberflächenmorphologien mit einer Auflösung von bis zu 2 nm untersucht werden können. Dabei wird ein Elektronenstrahl im Hochvakuum mittels elektromagnetischer Linsen auf die zu untersuchende Probe im Hochspannungsfeld beschleunigt und fokussiert und tritt mit den Atomen der Probe in Wechselwirkung. Durch die Wechselwirkungen treten Elektronen wieder aus, die durch ein Detektorsystem zu einem Bild verarbeitet werden. Dabei wird zwischen zwei Arten der Elektronen unterschieden, die zum Bildkontrast führen. Die Sekundärelektronen besitzen eine geringe Energie und geben eine Aussage über die Topographie-Verhältnisse. Der rückgestreute primäre Elektronenstrahl wird an schwereren Atomen stärker abgelenkt als bei leichteren Atomen und erzeugt somit einen Materialkontrast. Eine dritte Wechselwirkung ist die Emission von Röntgenstrahlen einer charakteristischen Wellenlänge, die für jedes Atom spezifisch ist. Dadurch ist es möglich über das Röntgenspektrum das vorhandene Material zu identifizieren und über die Intensität der detektierten Röntgenstrahlen eine quantitative Analyse der Atome durchzuführen. Wenn die Detektion der Röntgenstrahlen über die Energie stattfindet, wird von der energiedispersiven Röntgenspektrometrie (EDX) gesprochen, die den Vorteil der schnellen Analyse im Vergleich zur wellenlängendispersiven Röntgenspektrometrie bietet [186].

Die hergestellten Arrays bewegen sich in der Größenordnung eines menschlichen Haares und die ND bzw. SD sind noch um ein Vielfaches kleiner. Mit dem bloßen Auge oder dem Lichtmikroskop können die Strukturen im Detail nicht sichtbar gemacht werden. Aus diesem Grund wird das Elektronenmikroskop verwendet, um die Qualität der Arrays zu beurteilen und bei geeigneter Gestalt und Größe für die mechanische Charakterisierung auszuwählen. Die untersuchten Qualitätsmerkmale werden im Unterkapitel 3.4.1 erläutert. Zudem werden die REM-Bilder dazu verwendet, um die geometrischen Eigenschaften der Arrays zu bestimmen.

2.4. Charakterisierungsmethode – Mechanische Charakterisierung

2.4.1. Nanokraftmessplatz

Für die mechanische Charakterisierung der NDAs und SDAs musste ein neuer Messplatz konzipiert, getestet und aufgebaut werden, da solch eine Charakterisierung in dieser Art bisher noch nicht durchgeführt wurde und ein ähnliches Verfahren mit dem Rasterkraftmikroskop

aufgrund der relativ großen Dimension der Arrays im Vergleich zur Messspitze nicht möglich ist. Die mechanische Charakterisierung der NDAs bzw. SDAs ist von großer Bedeutung, vor allem wenn die potentielle Anwendung der Arrays in einem Beschleunigungssensor oder weiteren MEMS in Betracht gezogen wird. Es ist wichtig zu wissen, wie gezielt die mechanischen Eigenschaften über die geometrischen Eigenschaften der Arrays eingestellt werden können.

Im Rahmen der Dissertation wurden in Zusammenarbeit mit Florian Dassinger, einem Mitarbeiter des Instituts für Elektromechanische Konstruktionen (EMK) der Technischen Universität Darmstadt Ideen zur Realisierung gesammelt, der Messplatz konzipiert, aufgebaut und die Ansteuerungssoftware programmiert. Eine Testphase, wie ausgewählte Einstellungen die Messungen beeinflussen (siehe Unterkapitel 5.4.4), die systematische Untersuchung von NDAs und SDAs und das Programmieren eines Makros für die Auswertung der Rohdaten (siehe Unterkapitel 3.5.1) wurde nach der Inbetriebnahme des neuen Messplatzes realisiert. Der so genannte „Nanokraftmessplatz“ ist ein Aufbau aus verschiedenen Komponenten, mit dem es gelingt, mikroskopische NDAs lateral auszulenken, die dadurch auf einen Kraftsensor wirkende Kraft zu messen und in Form von Kraft-Weg-Kurven aufzuzeichnen. Durch das Anlegen einer Kraft wird eine Beschleunigung auf das Array simuliert. Die Be- und Entlastung erfolgt dabei sehr anwendungsnah. Das bedeutet, dass die Auslenkung des Arrays am Messplatz der Auslenkung des Arrays im geplanten, neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensor sehr ähnlich ist. Die einzelnen Komponenten werden im folgenden Abschnitt erklärt.

Komponenten des Nanokraftmessplatzes

In Abbildung 2-4 ist der Nanokraftmessplatz dargestellt. Die *Probe (1)*, auf denen die Arrays (hier: periodisch in Reihen) angeordnet sind, wird auf dem *Probentisch (6)* fixiert. Die *Mikroskopkamera mit integrierter LED-Lichtquelle (5)* und *Linearantriebe am Probentisch (6)* helfen dabei, die *Messspitze³ (2)* mit einer Kontaktfläche von $50 \times 50 \mu\text{m}$ in der richtigen Höhe z und in den lateralen Positionen (x und y) vor dem zu untersuchendem Array zu positionieren. Bei der darauffolgenden Be- und Entlastung der Probe, die über eine auf LabVIEW⁴ basierte Software gesteuert wird, verfährt die Messspitze mittels des *Linearantriebs (4)* in positiver bzw. negativer x -Richtung. Die Positioniergenauigkeit des Linearantriebs beträgt 5 nm bei einer Wiederholgenauigkeit von 50 nm . Sobald die Messspitze ein Hindernis (z. B. ein Array) berührt, wird eine Kraft auf die *Messspitze (2)* und den damit gekoppelten *Kraftsensor (3)* übertragen. Die Messspitze ist ein modifizierter Mikrogreifer. Die Messauflösung des Kraftsensors liegt bei 5 nN . Das Signal wird kapazitiv ausgewertet und in der LabVIEW⁴-Software wird eine Kraft-Weg-Kurve erstellt. Abbildung 2-4c zeigt einen Überblick des Messszenarios. In Abbildung 2-4a

und b ist die wichtigste Komponente, die *Messspitze* (2) mit integriertem Kraftsensor, vergrößert dargestellt.

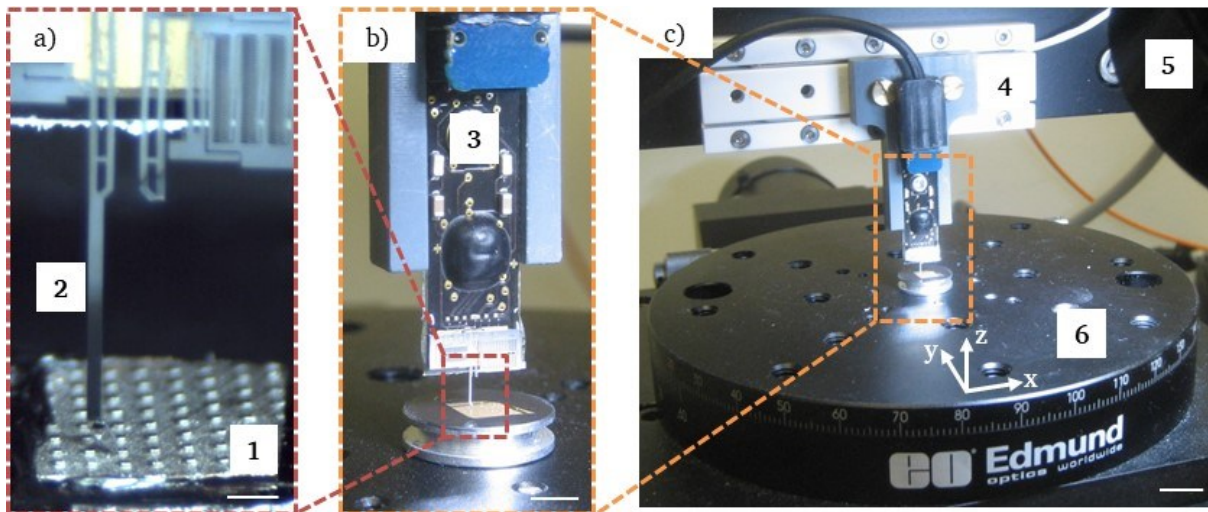


Abbildung 2-4: Nanokraftmessplatz: a) Detailaufnahme der Probe mit den mikroskopischen Drahtarrays (1), der Messspitze (2) (M. 250 μm); b) Detailaufnahme des Chips, auf dem der kapazitive Kraftsensor (3) integriert ist (M. 4 mm); c) und in lateraler Richtung über einen Linearantrieb (4) und über eine feine Feststellschraube vertikal verfahren werden kann. Mit Hilfe der Mikroskopkamera mit integrierter LED-Lichtquelle (5) und dem zweiachsig verschiebbaren Probentisch (6) können die Arrays vor der Messspitze positioniert werden (M. 10 mm).

Funktionsweise des Nanokraftmessplatzes

Die Be- und Entlastungskurve kann auf zwei unterschiedliche Arten aufgenommen werden. (i) Wegkontrolliert: Hierbei wird die Messspitze um einen definierten Weg verfahren und die korrespondierende Kraft, die dabei auf die Messspitze wirkt, wird gemessen. Nach Erreichen des vorgegebenen Weges beginnt die Entlastung (das Zurückfahren der Messspitze). (ii) Kraftkontrolliert: Hierbei wird die Messspitze so lange verfahren, bis eine vorgegebene Kraft erreicht wird. Wenn diese Kraft erreicht wird, beginnt die Entlastungsphase. Zusätzlich verfügt der Messplatz in der Steuerungssoftware über einen Sicherheitsmechanismus, der ein automatisches Stoppen der lateralen Verschiebung des Linearantriebs bewirkt, wenn eine Kraft gemessen wird, die zwei Drittel der maximal zulässigen Kraft des Sensors beträgt. Das automatische Stoppen verhindert eine weitere Dehnung des Sensors und somit eine Schonung und längere Lebenszeit des Kraftsensors.

Die automatische Stopp-Funktion kann auch als automatische Kontaktfahrt genutzt werden. Mit dieser Einstellung kann, vorausgesetzt die Messspitze befindet sich in der richtigen Höhe der Probe, die genaue Position vor der Probe angefahren werden. Hierfür ist ein Kraftwert definiert, der sich außerhalb der natürlichen Schwankung des Sensors befindet. Nach grober Positionierung der Messspitze auf sowohl lateraler als auch vertikaler Position der Probe, wird die Messspitze solange automatisch verfahren bis der vorgegebene Kraftwert erreicht wird. Bei

Kontakt mit der Probe wird die Spitze automatisch 1 μm zurückgefahren und die Messung kann anschließend von dieser Position aus beginnen. Abbildung 2-5 zeigt beispielhaft die erfolgreich positionierte Messspitze vor der Probe, dem Array, unmittelbar vor der Messung.

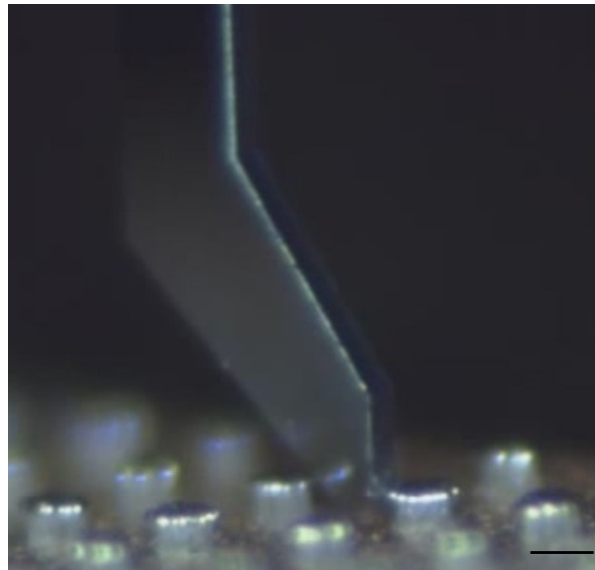


Abbildung 2-5: Mikroskopaufnahme nach einer erfolgreichen Positionierung der Messspitze vor einem Array (M. 50 μm).

Die richtige Höhe für ein Array ist so zu wählen, dass die Messspitze die Kappe berührt. Alternativ kann die Positionierung der Messspitze vor der Probe auch manuell erfolgen. Der Probenstisch wird dabei in x-, y- und z-Richtung soweit manuell verfahren, bis ein deutliches Kraftsignal am Kraftsensor detektiert und im Diagramm zu sehen ist, welches repräsentativ für den Kontakt mit der Probe ist. Anschließend wird die Messspitze um wenige μm manuell zurückgefahren. Allgemeine Details zur Bedienung des Messplatzes sind im nächsten Abschnitt beschrieben. Konkrete Details zur Durchführung der Messung sind in Unterkapitel 3.5.1 erläutert.

Kraftsensor-Verhalten

Bei der Untersuchung der Arrays muss die Federkonstante des Kraftsensors berücksichtigt werden. Der Kraftsensor misst kapazitiv und kann als Biegebalken mit einer resultierenden Federkonstante angesehen werden. Die Detektion der Kräfte erfolgt über eine Kammstruktur. Wird die Messspitze und damit der Kraftsensor auf ein starres Hindernis gefahren, wirkt die Kraft \vec{F} auf den Sensor und sein Verhalten kann mit dem einer elastischen Feder verglichen werden. Die Federkonstante k dieser Feder berechnet sich nach Hooke (siehe Gleichung 2-1) [187] und stellt den Proportionalitätsfaktor zwischen der anliegenden Kraft \vec{F} und der damit verbundenen Verschiebung s der Feder dar.

Gleichung 2-1 nach [187]: $\vec{F} = k \cdot s$

Die gleiche Beziehung gilt näherungsweise für ein ausgelenktes Drahtarray, das als Feder-Masse-Element betrachtet wird, wenn eine Kraft lateral auf die Kappe wirkt und es zu einer Biegung kommt. Im Belastungsfall des Arrays kann das Gesamtsystem (Kraftsensor und Array) vereinfacht als zwei in Reihe geschaltete Federn betrachtet werden, wobei die Gesamtverschiebung s_g der Summe der beiden einzelnen Verschiebungen des Kraftsensors s_s und des Arrays s_a entspricht und die angelegte Kraft auf beide Federn gleich ist (siehe Gleichung 2-2) [188].

Gleichung 2-2 nach [188]: $s_g = s_s + s_a$

$$\xRightarrow{\text{mit } k = \frac{\vec{F}_g}{s}} s_g = \frac{\vec{F}_g}{k_s} + s_a$$

$$\xRightarrow{-\frac{\vec{F}_g}{k_s}} s_a = s_g - \frac{\vec{F}_g}{k_s}$$

Die Korrektur der Position muss bei den Arrays berücksichtigt werden, um die tatsächliche Verschiebung des Arrays zu erhalten.

2.5. Software

2.5.1. National Instruments LabVIEW

LabVIEW⁴ ist eine Systementwicklungssoftware für Prüf-, Mess-, Steuerungs- und Regelungsanwendungen, womit der Benutzer mittels virtueller Instrumente ein Blockschaltbild auf der Benutzeroberfläche bauen kann, welches sich an dem realen Instrument orientiert [189]. LabVIEW⁴ kam bei zwei Instrumenten zur Anwendung. a) Der Potentiostat, mit dem die Abscheidungen der Drähte vollzogen wurden, kann im Ausgangszustand nur mit einem konstanten Potential oder einem konstanten Strom betrieben werden. Technisch möglich wäre jedoch auch eine gepulste Abscheidung, wenn eine entsprechende Software vorhanden wäre, welches die Befehle für die gepulste Abscheidung an die Hardware des Potentiostaten übermittelt. Solch eine Software zur Steuerung des Potentiostaten wurde von Ghaith Noman, einem Mitarbeiter des Fachbereichs Materialwissenschaften der Technischen Universität Darmstadt, entwickelt, programmiert und stetig nach Absprache optimiert. Die Benutzeroberfläche der finalen Software ist in Abbildung 2-6 und Abbildung 2-7 zu sehen. Die Bedeutung der einzelnen Felder wird im folgenden Abschnitt für die Abscheidung der Drahtarrays näher beleuchtet. b) Der Nanokraftmessplatz, mit dem die Arrays mechanisch untersucht wurden, wird über die vom EMK entwickelte Software „Cyberscan“, die ebenfalls

auf LabVIEW⁴ basiert, gesteuert und kontrolliert. Die Steuerung für den Nanokraftmessplatz wurde von Florian Dassinger, einem Mitarbeiter des Instituts EMK der Technische Universität Darmstadt, programmiert und stetig nach Absprache optimiert und weiterentwickelt. Die Benutzeroberfläche der finalen Software ist in Abbildung 2-8 zu sehen.

a) Potentiostat

Im folgenden Abschnitt werden die wichtigsten Felder und ihre Bedeutung für die Steuerung der elektrochemischen Abscheidung der Drahtarrays erklärt.

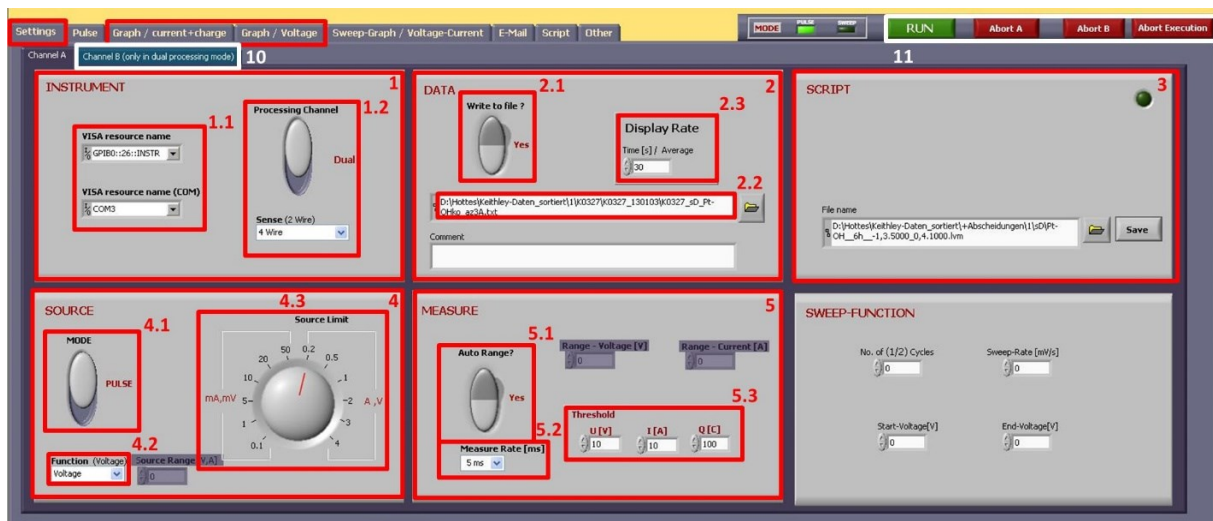


Abbildung 2-6: Benutzeroberfläche der Software, welche den Potentiostaten steuert (Reiter: „Settings“ für Kanal A)

Die Benutzeroberfläche ist aus acht Reitern aufgebaut. Über den ersten Reiter „Settings“ können verschiedene Einstellungen für den Potentiostaten vorgenommen werden.

Feld 1: Im ersten Feld 1 („INSTRUMENT“) muss zunächst das Gerät und der Anschluss definiert werden. Für den Potentiostaten wird im Feld 1.1 der „VISA resource Name“ (Virtual Instrument Software Architecture) „GPIB0::26::INSTR“ (General Purpose Interface Bus) und der Kommunikationskanal „COM3“ gewählt, was bedeutet, dass das reale Instrument, welches von LabVIEW⁴ angesteuert wird, über einen GPIB-Anschluss über den Kanal 3 mit dem Computer verbunden ist. Da der verwendete Potentiostat über zwei unabhängige Operationskanäle verfügt, kann in Feld 1.2 entschieden werden, ob ein Kanal („Single“) oder zwei Kanäle („Dual“) verwendet werden sollen. Über die Schaltfläche „Sense“ wird eingestellt, ob der Potentiostat eine Zwei- oder eine Vier-Punktmessung der Spannung oder des Stromes durchführen soll. Für kleine Ströme, wie es bei der Abscheidung von mikroskopischen NDAs und SDAs der Fall ist, sollte diese Einstellung auf die Vier-Punkt-Messung („4 Wire“) eingestellt sein, da diese Methode den Einfluss des Widerstands der Messleitung auf die Messung reduziert [190].

Feld 2: Im Feld 2 „DATA“ werden die Parameter eingegeben, die für die Datenspeicherung relevant sind. Hierzu zählen Feld 2.1, wo entschieden wird, ob überhaupt Werte aufgenommen werden sollen und wenn ja, wie der Speicherort und der Dateiname lauten soll (Feld 2.2). Während der Abscheidung werden alle Datenpunkte graphisch aufgetragen: i) im Reiter „Graph/current+charge“ befinden sich die Strom- und Ladungskurven im Verlauf der Zeit, ii) im Reiter „Graph/Voltage“ werden die Spannungs-Zeit-Kurven aufgeführt. Da der Computer nur eine begrenzte Rechen- und Arbeitsspeicherkapazität hat, ist es unmöglich, alle Messpunkte (alle 5 ms) in diesen Graphen einzutragen. Aus diesem Grund werden nur Werte in definierten Zeitpaketen gemittelt und erfasst (Feld 2.3). In der Einstellung, die in Abbildung 2-6 eingetragen ist, sind das die Mittelwerte aus allen Messpunkten, die in 30 s aufgenommen werden.

Feld 3: Das Feld 3 „SCRIPT“ erlaubt es abgespeicherte Einstellungen von vorherigen Abscheidungen schnell zu laden.

Feld 4: In Feld 4 „SOURCE“ werden wichtige Parameter für die Abscheidemethode eingegeben. Über den Knopf in Feld 4.1 kann ausgewählt werden, ob der Potentiostat in einem „SWEEP“- oder einem „PULSE“-Modus verwendet wird. Für die elektrochemische Abscheidung der Arrays ist der „PULSE“-Modus relevant, um eine gepulste Abscheidung (bis zu 3x7 Pulse möglich) oder eine Abscheidung mit konstantem Potential oder Strom (1 Puls) durchzuführen. Der „SWEEP“-Modus kann für eine zykelvoltammetrische Messung verwendet werden. Da der „SWEEP“-Modus im Rahmen dieser Arbeit nicht verwendet wird, soll er hier nicht näher erläutert werden. Ob der Potentiostat potentiostatisch, also bei vorgegebenem Potential („Voltage“), oder galvanostatisch, bei vorgegebenem Strom („Current“) arbeiten soll, wird über die Schaltfläche in Feld 4.2 eingestellt. Das Feld 4.3 „Source Limit“ ist für die Schonung des Potentiostaten entwickelt worden. Wird der Wert, der in Feld 4.3 eingetragen ist, erreicht, schaltet sich der Potentiostat automatisch ab. Für die galvanostatische Abscheidung gilt die Einheit mV/V als Spannungsbegrenzer, für die potentiostatische Abscheidung gilt die Einheit mA/A als Strombegrenzer.

Feld 5: Das Feld „MEASURE“ ist wichtig für die Messung der Ströme und Spannungen während der Abscheidung. Für eine optimale Erfassung der Messwerte muss vorgegeben werden, in welchem Bereich der Strom bzw. die Spannung ungefähr erwartet wird. Wenn das Feld 5.1 „Auto Range“ auf „Yes“ eingestellt ist, wird dieser Bereich automatisch ermittelt. Die „Measuring Rate“ in Feld 5.2 entspricht der Rate, mit der die Messwerte aufgenommen werden. Ein Wert von 5 ms bedeutet demnach, dass alle 5 ms ein Wert gespeichert wird. Die Funktion „Threshold“ in Feld 5.3 ist ein weiterer Schutzmechanismus für den Potentiostaten. Sie kann

Alle bisher genannten Einstellungen wurden für Kanal A gezeigt und gelten bei Aktivierung des „Dual“-Modus (siehe Feld 1.2 in Abbildung 2-6) analog für Kanal B. Dazu müssen lediglich der Reiter „Channel B“ (Schaltfläche 10) aktiviert und die relevanten Parameter bzw. Einstellungen entsprechend eingegeben werden.

Über die grüne Schaltfläche „RUN“ in Feld 11 (siehe Abbildung 2-6) kann dann nach der finalen Überprüfung aller Parameter die Abscheidung gestartet werden. Über die roten Schaltflächen „Abort A“, „Abort B“ oder „Abort Execution“ können per Knopfdruck, nur Kanal A, nur Kanal B oder beide Kanäle gleichzeitig gestoppt werden.

Alle Werte werden in Textdokumenten gespeichert und können so, z. B. in Microsoft Excel geladen werden.

b) Nanokraftmessplatz

Die Erklärung der wichtigsten Felder und ihre Bedeutung für die Steuerung des Nanokraftmessplatzes bei der Untersuchung des mechanischen Verhaltens der Drahtarrays folgt im nächsten Abschnitt.

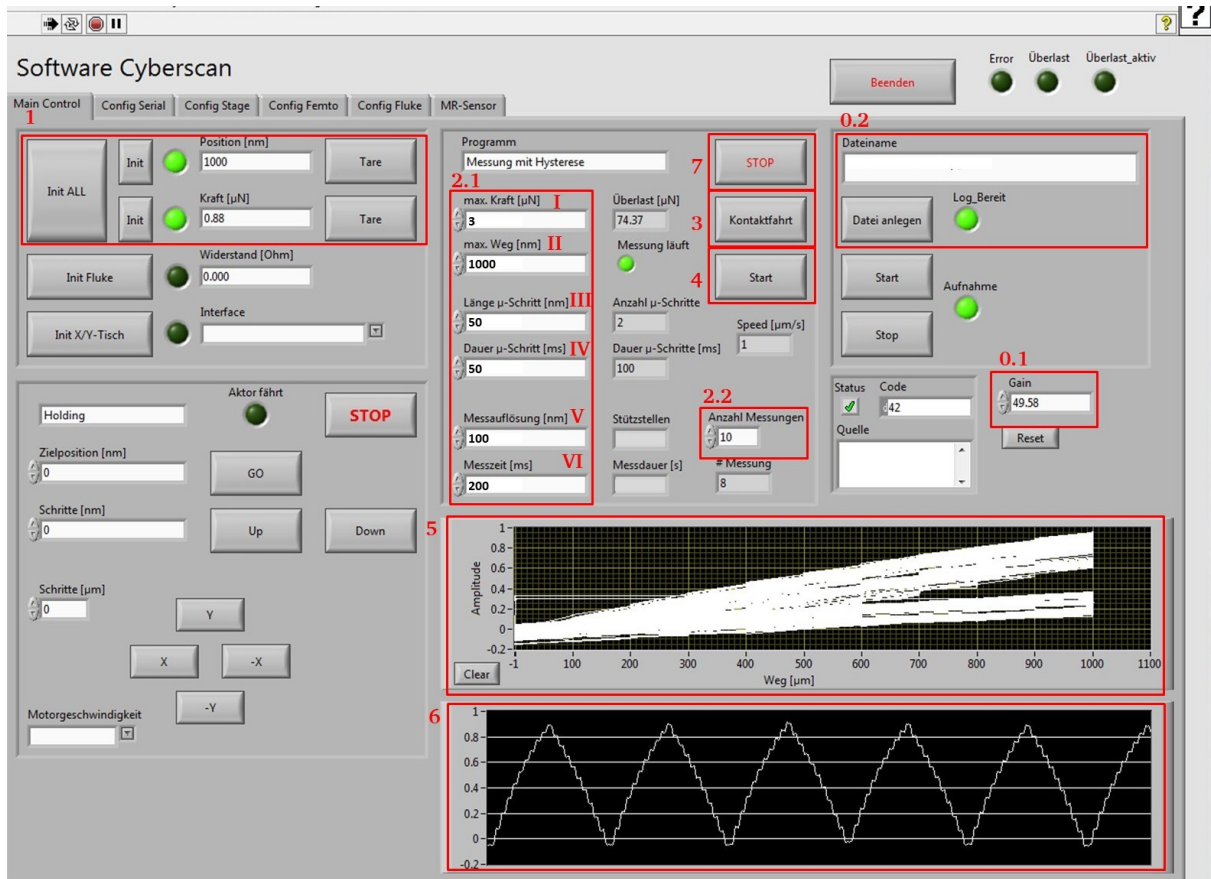


Abbildung 2-8: Benutzeroberfläche der Software, welche den Nanokraftmessplatz steuert

Die Benutzeroberfläche ist aus sechs Reitern aufgebaut. Die Steuerung und Überwachung des Nanokraftmessplatzes erfolgen vollständig über den ersten Reiter „Main Control“.

Feld 0.1, Feld 0.2 und **Feld 1**: Zuerst wird die vom Sensor-Hersteller angegebene Sensor-Verstärkung (Gain) in Feld 0.1 eingegeben. Im Feld 0.2 kann der Speicherort und der Dateiname für die Kraft-Weg-Kurve eingegeben werden und durch Drücken der „Datei anlegen“-Schaltfläche bestätigt der grüne Punkt „Log_Bereit“ die Aktivierung des Speicherns. Anschließend folgt das Initialisieren und Trieren des Kraftsensors und der Position des Probenstückes in x-Richtung durch Drücken der Schaltfläche „Init ALL“ und jeweils der „Tare“-Schaltfläche in Feld 1. Verläuft dieser Vorgang fehlerfrei, leuchten die beiden grünen Punkte in diesem Feld auf und der Kraftsensor und dessen Linearantrieb sind betriebsbereit.

Feld 2.1: Im nächsten Schritt wird in Feld 2.1 definiert, welche Eingabe- und Ausgabewerte für die nachfolgende Messung verwendet werden sollen. I) „max. Kraft“: Wenn diese Kraft während der Belastung erreicht wird, wird die weitere Belastung des Arrays gestoppt und es folgt unverzüglich die Entlastung (kraftkontrolliert). II) „max. Weg“: Wird die Messspitze um diesen Weg verfahren, folgt unverzüglich die Entlastung (wegkontrolliert). III)+IV) „Länge“- und „Dauer des μ -Schritt“: Diese Werte geben an, wie groß das Inkrement des Linearantriebs sein

soll und wie lange das Anfahren dauern soll. Hieraus ergibt sich die Geschwindigkeit der Anregung im ausgegrauten Feld „Speed“ rechts daneben. V) Die „Messauflösung“ bestimmt nach welcher Strecke ein Messpunkt aufgenommen und in die Kraft-Weg-Kurve eingetragen werden soll. Die Messauflösung sollte größer als der μ -Schritt und durch den maximalen Weg teilbar sein. VI) Unmittelbar nach dem Erreichen der angegebenen Position der Messspitze, wird die Kraft auf den Kraftsensor in der vorgegebenen „Messzeit“ pro Inkrement gemessen. Da der Sensor mit einer Abtastrate von 20 Hz arbeitet, bedeutet das eine Aufnahme von m Messpunkten in i Inkrementen, wobei $m = \frac{\text{Messzeit}}{50}$ entspricht. In Feld 2.2 kann abschließend die Zahl der Wiederholungen für eine Dauer- oder Einzelmessung der Be- und Entlastungskurven angegeben werden.

Feld 3: Nachdem die Parameter in Feld 2.1 definiert wurden und die Messspitze sowohl lateral als auch vertikal in der Nähe und auf Höhe der Probe positioniert wurde, kann die Schaltfläche „Kontaktfahrt“ in Feld 3 verwendet werden um eine exakte Positionierung der Messspitze vor der Probe zu erhalten. Die Kontaktfahrt bewirkt, dass sich die Messspitze nun automatisch solange in x-Richtung bewegt bis sie mit der Probe in Berührung kommt und dadurch ein Kraftsignal auslöst. Sollte kein Kraftsignal auftreten, bedeutet das, dass die Probe verfehlt wurde und es muss die x-, y- und z-Position der Probe fein nachjustiert werden, um die Probe zu treffen. Sobald das Kraftsignal detektiert wird, stoppt die Fahrt automatisch und die Messspitze fährt einen definierten Weg zurück.

Feld 4: Nun ist die Messspitze genau vor der Probe positioniert und die Messung kann durch Drücken der Schaltfläche „Start“ in Feld 4 gestartet werden.

Feld 5: Feld 5 zeigt die Aufzeichnung der Kraft in μN und den Weg in nm in-situ an.

Feld 6: Feld 6 stellt den in-situ Kraft-Zeit-Verlauf während der Be- und Entlastung dar.

Feld 7: Sollten während der Messung Fehler auftreten oder Korrekturen vorgenommen werden, kann die Messung jederzeit über den „STOPP“-Knopf augenblicklich beendet werden.

Alle Werte werden in TDMS-Dateien (Test Data Exchange Stream) gespeichert und können nach einer Konvertierung z. B. in Microsoft Excel geladen und bearbeitet werden.

2.5.2. Microsoft Visual BASIC for Applications (VBA)

Microsoft Visual Basic for Applications (VBA)⁵ ist eine von Microsoft entwickelte Programmiersprache, die z. B. in Microsoft Excel verwendet werden kann. Die Programmiersprache ermöglicht es, Befehle in einem Skript zu sammeln, die dann von der Hardware des Computers ausgeführt werden. Ein solches Skript wird bekanntermaßen „Makro“

genannt. Von großem Vorteil ist ein solches Makro, wenn eine große Anzahl an unterschiedlichen Datenpunkten vorhanden ist, deren Grundstruktur identisch ist. Ein Beispiel sei hier vorab gegeben: Es wird eine Messung an n Proben durchgeführt. Das Ziel ist es, die vielen Datenpunkte graphisch darzustellen und auszuwerten. Es gibt nun zwei Möglichkeiten, diese Herausforderung anzunehmen: (a) Pro Probe wird jeweils ein Graph inklusive Achsenbeschriftung und Trendlinien manuell erstellt. (b) Ein Makro wird geschrieben, welches die in (a) genannten Arbeitspakete automatisch ausführt. Der Vorteil des Makros ist offensichtlich: Die Automatisierung verhindert (gerade, wenn n sehr groß wird) Routinefehler bei der Erstellung von Graphen und spart viel Zeit. Des Weiteren können sogenannte Schleifen (engl.: loops) in das Makro eingebaut werden. Solche Schleifen werden eingesetzt, wenn z. B. pro Probe nicht eine sondern m Messungen durchgeführt werden. Die Programmierung einer Schleife ermöglicht es, einen bestimmten Befehlsablauf des Makros m -mal zu wiederholen. Auch hierbei wird eine Menge Zeit gespart und Routinefehlerquellen werden eliminiert. Für die Auswertung der unzähligen Messpunkte, die während der Messungen am Nanokraftmessplatz entstehen, hilft ein solches Makro weiter [191]. Wegen der genannten Vorteile wurde im Rahmen dieser Dissertation ein Makro für die Auswertung der Rohdaten entwickelt und ein Skript geschrieben.

2.6. Theorie zur Kraft-Weg-Charakteristik

Um eine Vorhersage treffen zu können, welche Auslenkung sich bei einer extern angelegten Kraft auf ein SDA bzw. NDA einstellt, soll zunächst vereinfachend ein lineares analytisches Modell mit konstanten mechanischen Eigenschaften aufgestellt werden. Das Feder-Masse-System wird als elastisch angesehen und soll zunächst mit einer linearen Feder beschrieben werden. Die Federkonstante D entspricht dem Quotienten aus der Federkraft \vec{F} und der Verschiebung ω . Bei Annahme eines masselosen Balkens mit der Länge l und der Biegesteifigkeit EI (Produkt aus dem E-Modul E und dem Flächenträgheitsmoment I), der am freien Ende durch eine punktförmig eingeleitete Kraft belastet wird und am anderen Ende fest eingespannt ist, gilt für die Biegelinie mit den entsprechenden Randbedingungen nach [188]:

Gleichung 2-3 nach [188]:
$$EI\omega = \vec{F} \cdot \left(-\frac{x^3}{6} + \frac{lx^2}{2} \right)$$

Für einen einzelnen, zylindrischen Draht mit dem Radius r_D sei das Flächenträgheitsmoment I nach [187], wie folgt:

Gleichung 2-4 nach [187]:
$$I = \frac{\pi \cdot r_D^4}{4}$$

Als Federkonstante D ergibt sich beim Einsetzen von Gleichung 2-4 in Gleichung 2-3, wenn die Kraft am äußeren Ende eingeleitet wird:

Gleichung 2-5:
$$D_D = \frac{3\pi}{4} \cdot \frac{E \cdot r_D^4}{l^3}$$

Da das Array aus einer Anzahl N an Drähten besteht, sei für die Array-Federkonstante D_A vereinfachend eine simple Aufsummierung der einzelnen Federkonstanten D_D der Drähte angenommen. Eine zusätzliche vereinfachende Annahme sei, dass die Drähte einzeln, parallel zueinander und gleichmäßig unterhalb der Kappe verteilt sind. Weiterhin wird angenommen, dass die laterale Ausdehnung des Arrays deutlich kleiner ist als die Länge der Drähte. Somit gilt:

Gleichung 2-6:
$$D_A = N \cdot D_D$$

Die Drahtanzahl N lässt sich über die Fläche A_A der kreisförmigen Arraygrundfläche und der Drahtflächendichte ϕ bestimmen:

Gleichung 2-7:
$$N = \phi \cdot A_A$$

Mit der Fläche eines Kreises:

Gleichung 2-8:
$$A_A = \pi \cdot r_A^2$$

ergibt sich unter den genannten vereinfachenden Annahmen die Federkonstante des Arrays D_A zu:

Gleichung 2-9:
$$D_A = \frac{3\pi^2}{4} \cdot \frac{E \cdot \phi \cdot r_A^2 \cdot r_D^4}{l^3}$$

Für den Fall, dass sich die Größe der Arraygrundfläche in der Größenordnung der Drahtlänge befindet, ist das Feder-Masse-System mit einem s-förmigen Verlauf zu beschreiben. Hieraus ergibt sich eine höhere Federkonstante und es sei angenommen, dass die Kraft bei der Hälfte der Drahtlänge eingeleitet wird. Für die Biegelinie mit den entsprechenden Randbedingungen nach [188] gilt:

Gleichung 2-10 nach [188]:
$$EI\omega = \vec{F} \cdot \left(-\frac{x^3}{6} + \frac{lx^2}{4} \right)$$

Mit dem gleichen Flächenträgheitsmoment ergibt sich die Federkonstante eines einzelnen Drahtes zu:

Gleichung 2-11:
$$D_D = \frac{3\pi}{1} \cdot \frac{E \cdot r_D^4}{l^3}$$

Daraus ergibt sich unter den genannten vereinfachenden Annahmen die Federkonstante des Arrays D_A :

Gleichung 2-12:
$$D_A = 3\pi^2 \cdot \frac{E \cdot \phi \cdot r_A^2 \cdot r_D^4}{l^3} \quad \rightarrow \quad D_A \sim E \cdot \phi \cdot \frac{r_A^2 \cdot r_D^4}{l^3}$$

Die Herleitung des analytischen Modells ist in Gleichung 2-3 bis Gleichung 2-12 erläutert. Beispielsweise ergibt sich für ein Drahtarray mit kreisförmiger Arraygrundfläche und der in Tabelle 2-1 angenommenen Gestalt und Größe für Platin eine Federkonstante von 0,0720 N/m und für Nickel-Eisen eine Federkonstante von 0,0857 N/m.

Tabelle 2-1: Die für das Rechenbeispiel nach Gleichung 2-12 angenommenen Werte für ein Drahtarray mit kreisförmiger Arraygrundfläche aus **Platin** und **Nickel-Eisen** mit einer Nickel/Eisen-Zusammensetzung von 90/10 Gew.-%.

Eigenschaft/Größe	Wert
E-Modul: Platin [158] / Nickel-Eisen [192] E in GPa	168 / 200
Drahtflächendichte Φ in cm ²	10 ⁷
Radius Arraygrundfläche r_A in μ m	25
Drahtradius r_D in nm	50
Drahtlänge l in μ m	30
Federkonstante D_A in N/m	0,0720 / 0,0857

Der Fehler, der für Gleichung 2-12 zu erwarten ist, ergibt sich nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz nach Gauß durch Betrachtung der Extremwerte der Drahtflächendichte, des Arrayradius, des Drahtradius und der Drahtlänge. Die Streubereiche werden herstellungs- und messtechnisch bedingt wie folgt abgeschätzt: Bei der Bestrahlung der Template kann es zu einer Streuung der Drahtflächendichte $\Delta\Phi$ 20000 cm² kommen. Beim Arrayradius ist durch die Maskenherstellung und die Galvanik eine Schwankung von Δr_A 2 μ m realistisch. Der Drahtradius ist herstellungsbedingt mit einer Streubreite von Δr_D 20 nm behaftet und die Drahtlänge wird auf einen Fehler von Δl 2 μ m abgeschätzt. Der E-Modul wird vereinfacht als konstant angesehen. Nach Gauß gilt für die Fehlerfortpflanzung:

Gleichung 2-13 nach [193]:
$$\Delta D_A = \sqrt{\left(\frac{\partial D_A}{\partial \phi} \cdot \Delta \phi\right)^2 + \left(\frac{\partial D_A}{\partial r_A} \cdot \Delta r_A\right)^2 + \left(\frac{\partial D_A}{\partial r_D} \cdot \Delta r_D\right)^2 + \left(\frac{\partial D_A}{\partial l} \cdot \Delta l\right)^2}$$

$$\Delta D_A = \sqrt{(3\pi^2 \cdot E)^2 \left[\left(\frac{r_A^2 \cdot r_D^4}{l^3} \cdot \Delta \phi\right)^2 + \left(\frac{\phi \cdot 2r_A \cdot r_D^4}{l^3} \cdot \Delta r_A\right)^2 + \left(\frac{\phi \cdot r_A^2 \cdot 4r_D^3}{l^3} \cdot \Delta r_D\right)^2 + \left(\frac{(-3) \cdot \phi \cdot r_A^2 \cdot r_D^4}{l^4} \cdot \Delta l\right)^2 \right]}$$

2.7. Theorie zur differentiell kapazitiven Detektion

Um die Eignung der Drahtarrays zum Einsatz als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor abzuschätzen, muss zum einen überprüft werden, ob die zu erwartende Kapazitätsänderung mit einer elektronischen Messschaltung detektiert werden kann und zum anderen muss die zu erwartende Auslenkung der Arrays berechnet werden. Bei den Überlegungen muss schlussendlich ein Kompromiss getroffen werden zwischen einer sehr kleinen Auslenkung, um mechanische Probleme zu minimieren, die jedoch nicht zu klein sein darf, da die Auslenkung sonst von der Elektronik nicht detektiert werden kann. Der geplante Beschleunigungssensor beruht auf dem differentiell kapazitiven Detektionsprinzip. Das bedeutet, dass das System aus zwei Plattenkondensatoren aufgebaut ist und zwei Kapazitäten an zwei Seiten vorhanden sind. Bei einer Auslenkung wird sich die eine Kapazität erhöhen und die gegenüberliegende Kapazität reduzieren. Abbildung 2-9 zeigt das differentiell kapazitive Detektionsprinzip schematisch.

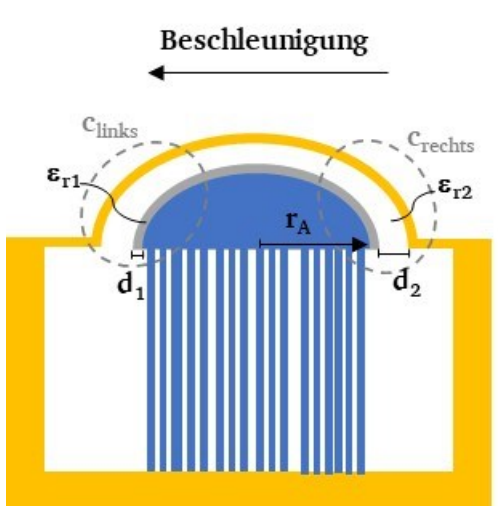


Abbildung 2-9: Schematische Skizze des differentiell kapazitiven Detektionsprinzips, bei dem das Drahtarray symmetrisch innerhalb der elektronischen Messschaltung platziert ist.

Folgende Annahmen werden dabei getroffen: In der späteren Anwendung wird eine isolierende Schicht auf die Oberfläche der Arraykappe gebracht, die mindestens eine Dicke d_1 von 500 nm aufweisen sollte, damit eine vollständige Isolation der Arraykappe gewährleistet ist. Die isolierende Schicht hat den Vorteil, dass das Array nun maximal ausgelenkt werden kann, ohne dass es zum Kurzschluss zwischen der Elektrode und dem Array kommt. Bei der Annahme diese Schicht sei gut abscheidbares Siliziumdioxid, so hat sie eine Permittivität ϵ_{r1} von 3,9 [194]. Des Weiteren muss vorausgesetzt werden, dass die Lücke zwischen der isolierenden Schicht und der Elektrode bei mindestens $2\text{ }\mu\text{m}$ liegt. Dieser Abstand kann mit der aktuellen Wafer-Herstellungstechnologie (Opferschicht-Verfahren) realisiert werden. Wirkt eine Beschleunigung a in Pfeilrichtung auf das Array, so wird sich auf der rechten Seite die Kapazität

C_{rechts} , die nur über die isolierende Schicht bestimmt ist, einstellen und auf der linken Seite die Kapazität C_{links} , die von der Dicke des Luftspalts und der isolierenden Schicht abhängt. Mathematisch gelten für die zu erwartenden Kapazitäten C folgende Beziehungen am linken und am rechten Teil des Arrays. Angenommen wird hier eine Reihenschaltung von zwei Plattenkondensatoren (isolierende Schicht und Luftspalt). ϵ_r steht für die Permittivität, A für die Fläche, r_A für den Arrayradius und d für den Plattenabstand des Kondensators (d_1 isolierende Schicht, d_2 Luftspalt):

Gleichung 2-14: nach [161] $C = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \frac{A}{d}$ $C_{\text{Reihe}} = \frac{C_1 \cdot C_2}{C_1 + C_2}$

$$C_{\text{links},0} = C_{\text{rechts},0} = \frac{1}{2} \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{r1} \cdot \epsilon_{r2} \cdot \frac{\pi \cdot r_A^2}{d_2 \cdot \epsilon_{r1} + d_1 \cdot \epsilon_{r2}}$$

$$C'_{\text{links}} = \frac{1}{2} \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{r1} \cdot \epsilon_{r2} \cdot \frac{\pi \cdot r_A^2}{2d_2 \cdot \epsilon_{r1} + d_1 \cdot \epsilon_{r2}}$$

$$C'_{\text{rechts}} = \frac{1}{2} \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_{r1} \cdot \epsilon_{r2} \cdot \frac{\pi \cdot r_A^2}{d_1 \cdot \epsilon_{r2}}$$

C_0 beschreibt den nicht ausgelenkten Zustand. C' jeweils die Kapazität am linken und rechten Teil des Arrays im voll ausgelenkten Zustand.

Die zu erwartende Auslenkung der Arrays wird mit Gleichung 2-12 wie folgt berechnet:

Gleichung 2-15 nach [188]: $F = m \cdot a = D_A \cdot x$

$$x = \frac{m \cdot a}{D_A} = \frac{m \cdot a \cdot l^3}{3\pi^2 \cdot E \cdot \phi \cdot r_A^2 \cdot r_D^4}$$

Für die Detektion der Kapazitäten sei ein Kapazität-zu-Digital-Wandler AD7745/AD7746 der Firma Analog Devices [195] ausgewählt. Der Sensor besitzt eine Genauigkeit von 4 fF mit einer Auflösung von 4 aF. Aufgrund eines Drifts um den Nullpunkt muss eine Kapazitätsänderung von mindestens 20 fF stattfinden, um sicher detektiert zu werden. Ob die Arrays für den Einsatz im Beschleunigungssensor geeignet sind, zeigt eine Berechnung der Kapazitätsänderung nach Gleichung 2-14 und Gleichung 2-15. Die Berechnungen befinden sich in Kapitel 5.4.5.

3. Experimentelles

Das Kapitel 3 umfasst die experimentellen Arbeiten im Detail und erläutert die Gründe, warum die jeweiligen Schritte gewählt wurden. Das Unterkapitel 3.1 beschreibt den Ablauf der Vorbereitungen und der Durchführung der Masken-unterstützten Ionenbestrahlung, der Aufweitung der latenten Ionenspuren zu zylindrischen Kanälen und der anschließenden Aufbringung einer kathodischen Rückschicht. Das Unterkapitel 3.2 beinhaltet Informationen zu allen Einstellungen zur optimierten Elektrodeposition von Platin- und Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs innerhalb der Kanäle. Das Unterkapitel 3.3 erläutert die Vorgänge der Freilegung der Arrays, sowohl durch eine nasschemische Auflösung als auch eine Trockenätzung des Polycarbonattemplates. Unterkapitel 3.4 zeigt, wie die freigelegten Arrays im REM untersucht und vermessen werden und zusätzlich bei den Nickel-Eisen-Drahtarrays die elementare Zusammensetzung bestimmt wird. Den Abschluss macht Unterkapitel 3.5 mit der detaillierten Beschreibung der mechanischen Charakterisierung, deren Einstellungen am Nanokraftmessplatz und der Programmierung des Makros für die Auswertung der Rohdaten.

3.1. Templatherstellung

3.1.1. Vorbereitung und Durchführung der Masken-unterstützten Ionenbestrahlung

Für die Synthese der NDAs und SDAs wurde die Masken-unterstützte Ionenspur-Templatmethode an Polycarbonatfolien⁶ angewandt. Diese Methode wurde gewählt, da sie die in Unterkapitel 2.1 beschriebenen Vorteile bietet. Die Folien liegen in verschiedenen Dicken von 10, 30 und 100 μm als Rolle vor. Aus dieser Rolle wurden Kreise mit einem Durchmesser von 5 cm ausgestanzt und je nach Dicke mehrere Kreise hintereinander gestapelt. Hierbei ist zu beachten, dass die Dicke der Stapel einen Wert von etwa 130 μm nicht überschreitet (Beispiel: Es können 10x10 μm , 4x30 μm bzw. 1x100 μm Folien hintereinander gestapelt werden.). Größere Dicken führen dazu, dass der Ionenstrahl komplett absorbiert wird und nicht mehr austritt. Die Folge wären im Material endende latente Ionenspuren, die nicht zu Kanälen aufgeweitet werden können. Die aufgestapelten Folien wurden anschließend in ein ionenstrahlresistentes Kunststoffgehäuse eingespannt und am UNILAC⁷ Linearbeschleuniger der GSI einem $^{197}\text{Au}^{25+}$ -Ionenstrahl mit einer Energie von 11,4 MeV pro Nukleon für eine definierte Zeit ausgesetzt, um entsprechende Fluenzen (=Anzahl der latenten Ionenspuren pro cm^2) von 10^7 und 10^8 cm^{-2} zu erhalten. Diese Parameter wurden gewählt, da nur mit solch einer hohen Energie die Polycarbonatfolien über die gesamte Dicke bis maximal 130 μm mit dem Strahl homogen in Wechselwirkung treten. Die ausgewählten Fluenzen wurden gewählt, da dadurch eine ausreichende Anzahl an Kanälen entstehen. Bei höheren Fluenzen besteht die höhere Wahrscheinlichkeit, dass mehrere Einzelkanäle zusammenwachsen, was die

mechanischen Eigenschaften der erzeugten Arrays beeinflussen würde. Da die latenten Ionenspuren stochastisch verteilt sind, würden bei kleineren Fluenzen nicht genug Ionenspuren und damit Drähte entstehen. Für die Benutzung der Polymerfolien als Template für die Arraysynthese dürfen nur lokal bestimmte Bereiche der Folie bestrahlt werden. Um dies zu erreichen, wurde jeweils eine Lochmaske zwischen den Ionenstrahl und dem Polymerstapel eingebaut. Insgesamt wurden zwei Lochmasken für die Synthese von Drahtarrays in unterschiedlicher geometrischer Form der Arraygrundfläche neu entwickelt und produziert, da bis dato nur eine Maske mit runden Löchern von 50 μm vorlag. Abbildung 3-1a zeigt die Photographie von einer der beiden Edelstahl-Lochmasken. Deutlich zu erkennen sind acht Felder, die radialsymmetrisch angeordnet sind. Jedes Feld besteht aus vielen Löchern in kreisförmigen, quadratischen und dreieckigen Formen in unterschiedlichen Dimensionen, die zeilenförmig in gleichem Abstand angeordnet sind. Für den Beschleunigungssensor werden die runden Strukturen benötigt, da hierüber eine gleichmäßige Krafteinleitung erfolgt. Die eckigen Strukturen, die nicht zur mechanischen Charakterisierung herangezogen wurden, können für andere Sensoren, wie z. B. einen Gasflusssensor eingesetzt werden [11, 196]. Die Laser-Bohrung der Masken wurde von der Firma CADiLAC Laser GmbH⁸ durchgeführt. Hierzu wurde ein gepulster Laserstrahl mit einem Durchmesser von 25 μm verwendet. Edelstahlmasken wurden ausgewählt, da sie stabil und dem Ionenstrahl gegenüber resistent sind. Sie weisen eine Dicke von 50 μm auf und haben einen Durchmesser von 5 cm. Die Dicke ist dünn genug, um eine Laser-Bohrung durchzuführen und dick genug, um den Ionenstrahl komplett abzubremesen. Das Design für die Bestrahlungsmasken wurde mit der Software AutoCAD⁹ entworfen und ist im technischen Anhang TA-A abgelegt. Für die kreisförmigen Arrays mit einem Durchmesser von 50 μm wurde eine Kupfer-Lochmaske verwendet [5, 197] (siehe Abbildung 3-1b). Zusätzlich, hier nicht explizit gezeigt, wurde vom Institut EMK der TU Darmstadt eine Nickel-Maske eingesetzt, um die Logos der Projektpartner darzustellen. Diese Art von Maske wurde gewählt, da kontrolliert Löcher in beliebigen Formen, in einem relativ einfachen und schnellen Prozess, eingebracht werden können. Zur Herstellung des Negativs der Maske wurde ein Photolack auf ein leitfähiges Substrat geschleudert und durch eine Lochmaske, die die gewünschten Formen enthält, mit UV-Licht bestrahlt. Im Anschluss wurde das ganze System einem Lösemittel ausgesetzt, welches die unbelichteten Flächen des Photolacks auflöst. Das Ergebnis war das Negativ der Lochmaske, das eine strukturierte, leitfähige Oberfläche aufwies. Zur Herstellung der Lochmaske wurden an das Negativ zwei Elektroden angeschlossen und elektrochemisch eine Nickelschicht abgeschieden. Die abgeschiedene Schicht wurde vorsichtig vom Substrat gelöst und wie die Stahlmasken als Lochmaske während der Ionenbestrahlung an der GSI verwendet.

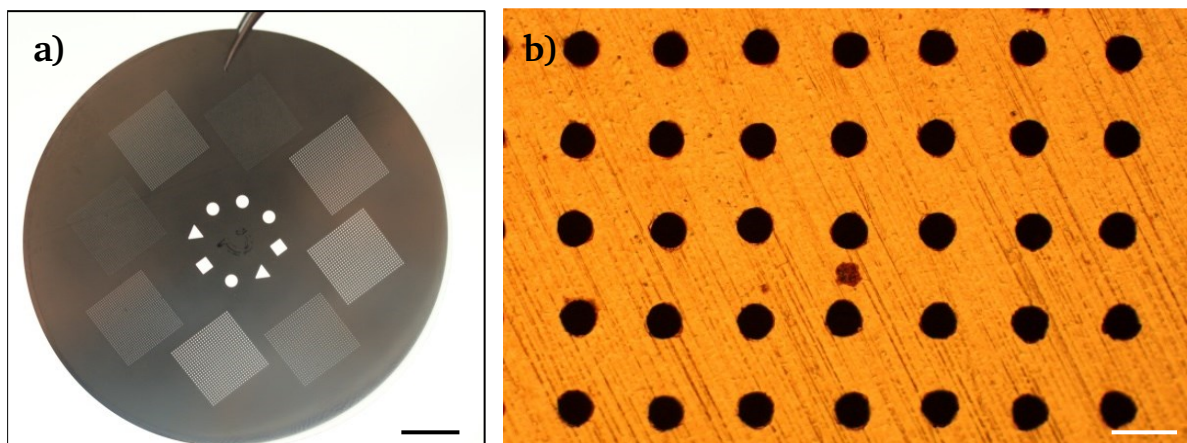


Abbildung 3-1: a) Photographie von einer der beiden Laser-gebohrten Lochmasken, die für die Synthese von Arrays zum Einsatz kam. Radialsymmetrisch sind acht Felder mit einer Größe von jeweils 1x1 cm angeordnet, in denen sich zeilenförmig viele Löcher im Abstand von 200 μm befinden. (M. 1 cm) b) Lichtmikroskopischer Ausschnitt des Lochmaskenfeldes, bestehend aus kreisförmigen Löchern mit einem Durchmesser von 50 μm und einem Abstand von 100 μm zueinander. Diese Maske zeigt die zeilenförmige Anordnung der Löcher der verwendeten Vierfeldlochmaske (M. 100 μm).

Bei der Bestrahlung werden nur die Bereiche vom Ionenstrahl durchdrungen, die von der Lochmaske nicht abgeschattet werden. Die dabei in definierten Bereichen entstandenen latenten Ionenspuren wurden im nächsten Schritt zu Kanälen mit zylindrischen Drähten mit Durchmessern im Nano- und Submikrometerbereich aufgeweitet.

3.1.2. Aufweitung der latenten Ionenspuren

Die Aufweitung der latenten Ionenspuren zu zylindrischen Kanälen geschah von beiden Seiten in einem Wärme-Wasserpumpen-System¹⁰ mittels eines Ätzmediums aus 500 ml 6 M, 50°C warmen Natriumhydroxid-Lösung¹¹⁺¹². Die Wärme-Wasser-Pumpe wurde auf 51,1°C eingestellt und angeschaltet, wodurch das warme Wasser über das Pumpensystem permanent durch die doppelseitige Wand des Edelstahlgefäßes geleitet wurde. Nach etwa 20 min herrschte ein thermodynamisches Gleichgewicht von 50°C zwischen dem Wasser in der doppelseitigen Wand und der Natronlauge im Edelstahlgefäß. Die Natronlauge wurde dabei konstant gerührt. Die bestrahlte Polycarbonatfolie wurde in eine Teflon-Halterung eingespannt und je nach gewünschtem Kanaldurchmesser für eine definierte Zeit vollständig in die Ätzlösung eingetaucht. Die Ätzrate beträgt bei diesen Bedingungen etwa 35 nm/min. Der Aufbau für die Kanalaufweitung ist in Abbildung 3-2 abgebildet.



Abbildung 3-2: Aufbau für die Aufweitung der latenten Ionenspuren zu Kanälen. 51,1°C warmes Wasser wird über ein Pumpensystem permanent durch die doppelseitige Wand des Edelstahlgefäßes geleitet. Nach etwa 20 min herrscht ein thermodynamisches Gleichgewicht von 50°C zwischen dem Wasser in der doppelseitigen Wand und der Natronlauge im Edelstahlgefäß.

Nach Ablauf der Ätzzeit wird der Probenhalter dreimal in frischem Reinstwasser¹² gespült, das Templat anschließend ausgebaut und getrocknet. Diese mehrmalige Spülung ist von besonderer Bedeutung, um die Kanalaufweitung direkt zu stoppen. Von nun an wird die Polycarbonatfolie als „Templat“ bezeichnet, da sie wie eine Schablone für die Synthese der Drahtarrays fungiert. Die Ätzmethode wurde gewählt, damit beliebige zylindrische Drahtdurchmesser vom Nano- über den Submikro- bis in den Mikrometerbereich in kurzer Zeit reproduzierbar mit einer bestimmten Drahtdurchmesserverteilung erzeugt werden können [198].

3.1.3. Aufbringung einer kathodischen Schicht

Nachdem die Kanäle auf den gewünschten Durchmesser gebracht wurden, muss für die elektrochemische Abscheidung eine leitende Schicht auf die raue Seite des Polycarbonattemplates gebracht werden. Die raue Seite wird verwendet, weil auf ihr aufgesputtertes Gold besser haftet. Der Sputterprozess wurde an einer Goldsputteranlage¹⁴ in einem Argonplasma, bei einer Stromstärke von 30 mA und einem Abstand von 65 mm zwischen Goldtarget und Polymerfolie, für 500 s durchgeführt. Die Folie wurde dabei unter das Goldtarget gelegt und mit einem metallischen Ring beschwert, um ein Wegfliegen während des Vakuumsaugprozesses zu verhindern. Der Goldsputterprozess wurde ausgewählt, da es eine zuverlässige und schnelle Methode ist, auf elektrisch isolierende Oberflächen, elektrisch leitendes Material aufzubringen. Durch die Aufbringung der Goldschicht werden die Kanäle an der rauhen Seite verschlossen. Da diese Goldschicht nur wenige Nanometer dünn ist, muss sie für eine spätere, leichtere Handhabung der Template (z. B. für den Transfer auf einen

Probenhalter mit einer Pinzette) verstärkt werden. Diese Verstärkung geschah elektrochemisch durch eine Kupferschicht. Kupfer wurde verwendet, da zum einen innerhalb von 10 min eine etwa 10 µm dicke Schichtabscheidung gelingt und es zum anderen preiswert ist. Für die Aufbringung der Kupferrückschicht wurde das Templat in acht gleichgroße Teile geschnitten und eins der Achtel in eine Zweikammer-Abscheidezelle¹⁵ eingebaut und zwar so, dass der Kupferring mit der Goldschicht in Kontakt stand. In „Zellkammer 1“ wurde ein saurer Kupferelektrolyt¹⁶ auf CuSO₄/H₂SO₄-Basis eingefüllt. Da durch den Druck des Elektrolyten das weiche Polymertemplat deformiert werden könnte, wurde die gegenüberliegende „Zellkammer 2“ mit Reinstwasser¹² befüllt, um einen Druckausgleich zwischen beiden Zellen zu erreichen. Beim Einfüllen der Flüssigkeiten sollte darauf geachtet werden, dass sich die Zelle in einer leicht gekippten Position befindet, um die Bildung von Luftblasen an der Kathode zu verhindern, damit eine gleichmäßige Schicht abgeschieden werden konnte. Ein Potentiostat¹⁷ wurde mit einem mit 2-Propanol¹⁸ gereinigten Kupferring (Kathode am Hi/HiS) und einem mit 2-Propanol¹⁸ gereinigten Kupferstab (Anode am Lo/LoS), der in den Elektrolyten eintaucht, in Verbindung gebracht. Über den Potentiostaten wurden bei Raumtemperatur eine konstante Spannung von -500 mV vs. NHE¹⁹ eingestellt, so dass sich eine Stromdichte von etwa -20 mA/cm² (gemessen auf die tatsächliche Abscheidefläche = -10 mA) einstellte. Die Abscheidung wurde nach dem Erreichen einer Ladungsmenge von 7 mC gestoppt (Dauer: ca. 10 min), um eine Schichtdicke von etwa 10 µm zu erhalten. Diese Schichtdicke reichte aus, um das Templat zu transferieren und für weitere Analysen zu verwenden. Der Aufbau für die Kupferabscheidung ist in Abbildung 3-3 dargestellt. Nach der Aufbringung der verstärkenden Kupferrückschicht wurden die Flüssigkeiten (Elektrolyt und Reinstwasser¹²) entfernt und die Polymerfolie in der Zelle belassen, um im Anschluss mit der Drahtsynthese fortzufahren.

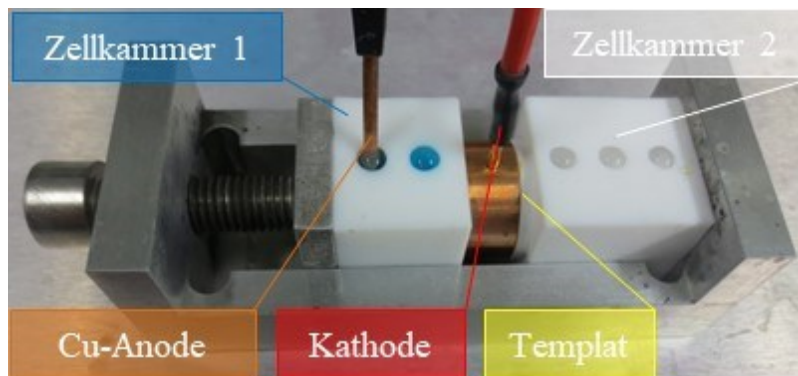


Abbildung 3-3: Aufbau für die Kupferabscheidung mit einem Zwei-Elektrodenaufbau: Die Abscheidenzelle¹⁵ besteht aus einem Aluminiumgehäuse und zwei Teflon-Zellkammern. Das Polymertemplat befindet sich zwischen „Zellkammer 1“ und „Zellkammer 2“, wobei die aufgesputterte Goldschicht in Kontakt mit dem Kupferring (Kathode) steht. Die Anode ist ein Kupferdraht, der in „Zellkammer 1“ in die blaue Kupfersulfat-Lösung¹⁶ taucht. „Zellkammer 2“ ist für den Gegendruck mit Reinstwasser¹² gefüllt. Mit einer Feststellschraube werden die beiden Zellkammern dicht verbunden.

3.2. Elektrodeposition

Die gesamte Rückseite der Polymerfolie ist nun mit einer mit Kupfer verstärkten Goldschicht überzogen. Durch die Begrenzung der Kanäle auf bestimmte, definierte Flächen ist es zu diesem Zeitpunkt möglich, mikroskopische, metallische Strukturen aus ND bzw. SD im zylindrischen, parallelen Kanalsystem der Template abzuscheiden. Für die vorliegende Dissertation wurden zwei unterschiedliche Materialien untersucht: Platin und eine Legierung aus Nickel und Eisen. Eine Serie aus NDAs und SDAs mit den in Tabelle 5-1 und Tabelle 5-5 aufgeführten geometrischen Eigenschaften wurden hergestellt. Die Arrays mit sehr langen Drähten und sehr kurzen Drähten waren als NDAs unter den gegebenen Abscheidebedingungen nicht mehr stabil genug, so dass nur stabile SDAs für diese beiden Konfigurationen geeignet waren und hergestellt wurden, um eine mechanische Charakterisierung an ihnen durchzuführen. Tabelle 3-1 fasst die Einstellungen in der Potentiostat-Software für die beiden Materialsysteme zusammen. Der Fokus der Optimierung der Elektrodeposition lag auf den in Unterkapitel 3.4.1 definierten Qualitätsmerkmalen.

Tabelle 3-1: Zusammenfassung der Einstellungen in der Potentiostat-Software für die gepulste elektrochemische Abscheidung der **Platin**- und **Nickel-Eisen**-Drahtarrays (Informationen über die Bedeutung der Felder befinden sich in Abbildung 2-6 und Abbildung 2-7)

Feld für jeweils „Channel A“ und „Channel B“	Einstellung/Parameter
Feld 1	1.1 „GPIB0::26::INSTR“ und „COM3“ 1.2 „Dual“ und „4 Wire“
Feld 2	2.1 „Yes“ 2.2 der jeweilige Dateiname und Speicherort 2.3 „30“
Feld 3	Auswahl eines vorhandenen Skripts
Feld 4	4.1 „PULSE“ 4.2 „Voltage“ 4.3 „0.2 V“
Feld 5	5.1 „Yes“ 5.2 „5 ms“ 5.3 „10 V“ und „10 A“ und „100 C“
Feld 6	6.1 „72 H“ „PULSE 1“: V1 „-1,3 V“ und „50 ms“ V2 „-0,9 V“ und „1000 ms“ „PULSE 1“: V1 „-1,2 V“ und „100 ms“ V2 „-0,7 V“ und „1600 ms“ Rest: V3-V7 „0“
Feld 7	„PULSE 2“ und „PULSE 3“ jeweils „Disable“

3.2.1. Platin

Für die Synthese der Drahtarrays aus Platin wurde die Abscheidezelle¹⁵ verwendet, in der das Polymertemplat mit verstärkter Kupferrückschicht und aufgesputterter Goldschicht immer noch fixiert war. Die Abscheidezelle¹⁵ hatte sich in der Vergangenheit als erfolgreich bei der Synthese von Nanostrukturen erwiesen und kam daher zum Einsatz. Die „Zellkammer 2“ wurde mit einem kommerziellen Platinelektrolyten²⁰ und die „Zellkammer 1“ mit Reinstwasser¹², wieder für den Druckausgleich, gefüllt. Der Kupferring diente, wie bei der Kupferabscheidung, als Kathode (Hi/HiS). Eine Spiralelektrode aus Platin kam als Anode (Lo/LoS) zum Einsatz und tauchte in den Platinelektrolyten ein. Da es sich um eine Einmetall-Abscheidung handelt, wurde mit einem einfachen Zwei-Elektrodenaufbau und einem Potentiostaten¹⁷ gearbeitet. Der Hauptbestandteil, aus dem Platin reduziert wird, ist der Hexahydroxy-Platinat-Komplex. Der Elektrolyt wird hauptsächlich für die Schichtabscheidung eingesetzt, kann jedoch auch bei geringeren Einsatztemperaturen für die Drahtsynthese verwendet werden. Er verfügt über eine

hohe Langzeitstabilität und eine hohe Abscheiderate im Vergleich zu alternativen Platin-Elektrolyten. Würde die Abscheidung bei den vom Hersteller empfohlenen 80°C durchgeführt, weiten sich die Kanäle im Laufe der Abscheidezeit noch mehr auf und die Kontrolle über den Drahtdurchmesser ginge verloren. Zudem ist die Abscheidung bei geringeren Temperaturen energiesparender. Das Ruhepotential des Elektrolyten wurde zu -0,51 V bestimmt, indem für 30 min die elektrische Spannung gemessen wurde, die benötigt wird, um einen konstanten Strom von 0 A zu erhalten. Eine Photographie des Aufbaus für die Abscheidung bei 40°C (eingestellt über eine Heizplatte¹³ bei 47°C) ist in Abbildung 3-4 gezeigt. Beim Einfüllen der Flüssigkeiten sollte die Zelle in einer leicht gekippten Position gehalten werden, um eine vollständige Benetzung der Templatfläche zu gewährleisten. Zusätzlich sollte darauf geachtet werden, dass beim Einfüllen des Elektrolyten keine Luftblasen entstehen. Bei Abscheidungen bei erhöhten Temperaturen (z. B. 40°C) wurden, um das Verdampfen des Elektrolyten zu verlangsamen, die Einfülllöcher der beiden Zellkammern mit Parafilm zugedeckt und zusätzlich mit Kugeln aus Yttrium stabilisiertem Zirkoniumdioxid beschwert. Die Temperatur von 40°C hebt die Differenz der Raumtemperaturen zwischen den Winter- und Sommermonaten auf.

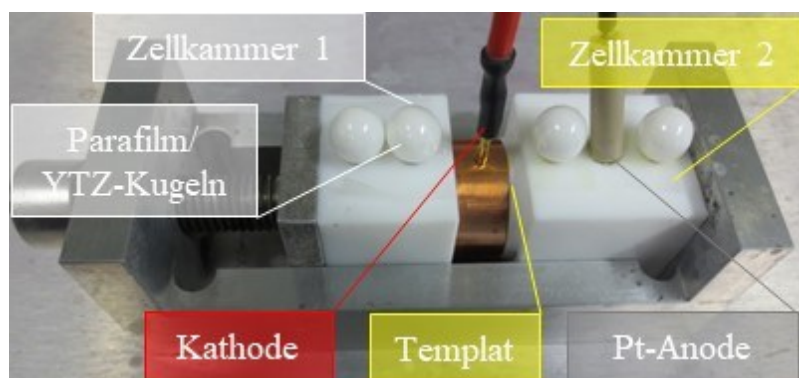


Abbildung 3-4: Aufbau für die Platinabscheidung mit einem Zwei-Elektrodenaufbau und der Abscheidezelle¹⁵: Das Polymertemplat befindet sich noch immer zwischen „Zellkammer 1“ und „Zellkammer 2“, wobei die mit Kupfer verstärkte aufgesputterte Goldschicht in Kontakt mit dem Kupfering (Kathode) steht. Die Anode ist eine Spiralelektrode aus Platin, die in „Zellkammer 2“ in den Platinelektrolyt eintaucht. „Zellkammer 1“ ist für den Gegendruck mit Reinstwasser¹² gefüllt. Bei Abscheidungen bei erhöhter Temperatur (z. B. 40°C) werden, um das Verdampfen des Elektrolyten zu verlangsamen, die Einfülllöcher der beiden Zellkammern mit Parafilm zugedeckt und zusätzlich mit Kugeln aus Yttrium stabilisiertem Zirkoniumdioxid beschwert.

Die Abscheidung mit den besten Ergebnissen für alle hergestellten Arrays war bei -1,3 V vs. NHE¹⁹ als Abscheidepuls für 50 ms und -0,9 V vs. NHE¹⁹ für 1000 ms. Typische Ströme lagen bei ca. -100 μ A und -10 μ A. Eine erfolgreiche Abscheidung der Arrays war zu erkennen, wenn die Strom-Zeit-Kurve nach einem starken Anstieg in ein Plateau (siehe Bereich IV in Abbildung 2-3) überging. Wenn dies passierte, wurde der Potentiostat abgeschaltet und das Templat mit den darin erhaltenen Arrays aus der Abscheidezelle¹⁵ ausgebaut, mit Reinstwasser¹² abgespült und vorsichtig mit einem Tuch abgetupft.

Die Abscheidebedingungen sind in Tabelle 3-2 und die Grundeinstellungen für die Potentiostat-Software zur Steuerung der elektrochemischen Abscheidung sind in Tabelle 3-1 zusammengefasst.

Tabelle 3-2: Zusammenfassung der Abscheidebedingungen der Synthese für die Drahtarrays aus [Platin](#)

Schritt	Materialien, Geräte bzw. Bedingungen
Galvanikaufbau	Zweikammer-Abscheidezelle ¹⁵
Rückkathode	aufgesputtertes Gold ¹⁴ + elektrochemische Kupferverstärkung (CuSO ₄ -Elektrolyt ¹⁶ ; Raumtemperatur; -0,5 V vs. NHE ¹⁹ ; Stopp bei 7 mC)
Potentiostat	Keithley Dualmeter K-2602 ¹⁷ (gesteuert über LabVIEW ⁴)
Elektrolyt	kommerziell, alkalisch, Platin (METAKEM Pt-OH) ²⁰
Elektrolyt-Temperatur	40°C
Elektrodensystem	Kupfer-Platin (Zwei-Elektrodenaufbau)
kathodischer Puls	-1,3 V vs. NHE ¹⁹ für 50 ms → typische Ströme: $\approx -100 \mu\text{A}$
Ruhepuls	-0,9 V vs. NHE ¹⁹ für 1000 ms → typische Ströme: $\approx -10 \mu\text{A}$
Abscheidezeit	<24 h

Um herauszufinden, ob verschiedene Arraygrundflächenformen, wie Dreiecke, Quadrate und Kreise in unterschiedlicher Größe als Array hergestellt werden können, wurden acht unterschiedliche geometrische Formen als Arraygrundfläche in verschiedenen Größen mittels Lochmaske hergestellt. Insgesamt wurden für die mechanische Charakterisierung sechs Arraykonfigurationen aus Platin mit gleicher kreisförmiger Arraygrundfläche hergestellt, die sich in der Drahtanzahl, dem Drahtdurchmesser und der Drahtlänge unterschieden. Hierbei wurde die Vierfeldlochmaske benutzt und systematisch bei der Bestrahlung die Drahtanzahl, der Drahtdurchmesser und die Drahtlänge verändert. Im Rahmen dieser Dissertation wurden Platin-NDAs und -SDAs zum ersten Mal systematisch in dieser Art variiert.

3.2.2. Nickel-Eisen

Für die Synthese der Drahtarrays aus Nickel-Eisen wurde die Abscheidezelle¹⁵ verwendet, in der das Polymertemplat mit verstärkter Kupferrückschicht und aufgesputterter Goldschicht immer noch fixiert war, nachdem die kathodische Rückschicht, wie in Unterkapitel 3.1.3 beschrieben, aufgebracht wurde. „Zellkammer 2“ wurde mit einem selbst hergestellten Nickel-Eisen-Elektrolyt (Zusammensetzung: siehe Tabelle 3-3) und „Zellkammer 1“ mit Reinstwasser¹², wieder für den Druckausgleich, gefüllt. Der saure Elektrolyt hat sich nach

Vorversuchen bewährt, wenn er regelmäßig frisch angesetzt wurde. Der Kupferring diente, wie bei der Kupferabscheidung, als Kathode. Eine Spiralelektrode aus Platin kam als Anode zum Einsatz und war in den Nickel-Eisen-Elektrolyten eingetaucht. Zusätzlich wurde eine dritte Elektrode, eine Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode²², in den Nickel-Eisen-Elektrolyten eingetaucht und zwischen die Anode und Kathode geschaltet. Hierbei war zu beachten, dass die Referenzelektrode bei Nichtbenutzung in einer 3 M Kaliumchlorid-Lösung gelagert werden sollte und vor jeder Benutzung mit Reinstwasser¹² abgespült werden musste, um eine Verunreinigung des Abscheideelektrolyten zu verhindern. Der Drei-Elektrodenaufbau musste gewählt werden, da die elektrische Spannung der einzelnen Pulse streng kontrolliert werden musste, damit überhaupt eine simultane Abscheidung von Nickel und Eisen stattfinden konnte. Der Aufbau ist in Abbildung 3-5 dargestellt.

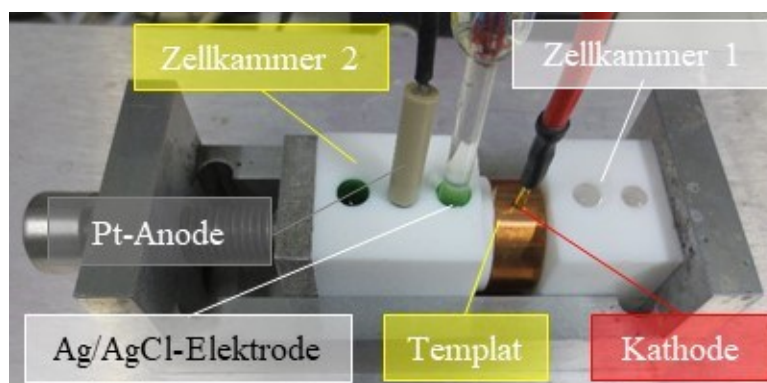


Abbildung 3-5: Aufbau für die Nickel-Eisen-Abscheidung mit einem Drei-Elektrodenaufbau in der Abscheidezelle¹⁵.

Die Abscheidebedingungen, wie Temperatur, Elektrolytkonzentrationen, Abscheidungspulse und Abscheidzeiten wurden solange optimiert, bis ein gleichmäßiges Wachstum der Arrays stattfand und eine reproduzierbare Zusammensetzung von Nickel/Eisen von etwa 90/10 Gew.-% erreicht war. Die Abscheidebedingungen zum Erreichen der genannten Eigenschaften sind in Tabelle 3-3 zusammengefasst.

Der Nickel-Eisen-Elektrolyt wurde selbst angemischt. Basis hierfür war die Veröffentlichung von Mohamed Salem, der Nickel-Eisen-ND in porösem, anodisiertem Aluminiumoxid herstellte [166]. Zur Einstellung des pH-Wertes auf einen Wert von 2,8 wurde 0,1 M Schwefelsäure verwendet. Der Elektrolyt wurde regelmäßig frisch angesetzt, um eine Oxidation des Eisens zu verhindern. Die besten Ergebnisse wurden bei einer Elektrolyttemperatur von 40°C erreicht (eingestellt über eine Heizplatte¹³ bei 47°C), bei einem kathodischen Puls von -1,2 V vs. Ag/AgCl²² für eine Dauer von 100 ms, gefolgt von einem 1600 ms langen Ruhepuls bei -0,7 V vs. Ag/AgCl²². Typische Ströme lagen bei ca. -100 μ A und -10 μ A. Eine erfolgreiche Abscheidung der Arrays war zu erkennen, wenn die Strom-Zeit-Kurve nach einem starken Anstieg in ein Plateau (siehe Bereich IV in Abbildung 2-3) überging. Wenn dies passierte, wurde der

Potentiostat abgeschaltet und das Templat, mit den darin erhaltenen Arrays aus der Abscheidezelle¹⁵ ausgebaut, mit Reinstwasser¹² abgespült und vorsichtig mit einem Tuch abgetupft. Die Grundeinstellungen für die Potentiostat-Software zur Steuerung der elektrochemischen Abscheidung ist in Tabelle 3-1 aufgeführt.

Tabelle 3-3: Zusammenfassung der Abscheidebedingungen zur Herstellung von Drahtarrays aus Nickel-Eisen.

Schritt	Materialien, Geräte bzw. Bedingungen
Galvanikaufbau	Zweikammer-Abscheidezelle ¹⁵
Rückkathode	aufgesputtertes Gold ¹⁴ + elektrochemische Kupferverstärkung (CuSO ₄ -Elektrolyt ¹⁶ ; Raumtemperatur; -0,5 V vs. NHE ¹⁹ ; Stopp bei 7 mC)
Potentiostat	Keithley Dualmeter K-2602 ¹⁷ (gesteuert über LabVIEW ⁴)
Elektrolyt	Eigene Herstellung, sauer, Nickel-Eisen (angelehnt an [166]) <i>Angaben in g/10ml Reinstwasser¹²:</i> 3,2 NiSO ₄ • 7 H ₂ O ²³ ; 0,25 NiCl ₂ ²⁴ ; 0,06 FeSO ₄ • 7 H ₂ O ²⁵ ; 0,45 H ₃ BO ₃ ²⁶ + tropfenweise Zugabe von 0,1 M H ₂ SO ₄ ²⁷ bis pH bei 2,8
Elektrolyt-Temperatur	40°C
Elektrodensystem	Kupfer-Platin-Ag/AgCl ²² (Drei-Elektrodenaufbau)
kathodischer Puls	-1,2 V vs. Ag/AgCl ²² für 100 ms → typische Ströme: ≈ -100 µA
Ruhepuls	-0,7 V vs. Ag/AgCl ²² für 1600 ms → typische Ströme: ≈ -10 µA
Abscheidezeit	<24 h

Insgesamt wurden für die mechanische Charakterisierung vier Arraykonfigurationen aus Nickel-Eisen mit gleicher kreisförmiger Grundfläche hergestellt, die sich in der Drahtanzahl und dem Drahtdurchmesser unterschieden. Hierbei wurde die Vierfeldlochmaske benutzt und systematisch bei der Bestrahlung die Drahtanzahl und der Drahtdurchmesser bei gleichbleibender Drahtlänge verändert. Nickel-Eisen NDAs und SDAs wurden laut Literaturrecherche im Rahmen dieser Dissertation erstmals hergestellt.

3.3. Freilegung der Arrays

Nachdem die Abscheidung der Drahtarrays innerhalb der Template abgeschlossen war, mussten die Arrays, um sie nach ihrer Qualität zu beurteilen, im REM untersucht werden. Auch für eine mechanische Untersuchung müssen die Arrays freigelegt werden, was bedeutet, dass das Polymertemplat entfernt werden muss. Hierfür wurden zwei unterschiedliche Methoden

gewählt: das nasschemische Auflösen in einem organischen Lösemittel und das Trockenätzverfahren mit Sauerstoffradikalen.

3.3.1. Nasschemisches Verfahren

Für die Auflösung des Templots in Dichlormethan wurde etwa ein Viertel des Templots mit den abgeschiedenen Drahtarrays ausgeschnitten und mit einem Silberleitlack²⁹ auf einen Aluminium-REM-Probenhalter geklebt. Nach etwa 45 min Trocknungszeit wurde der Probenhalter auf einen Aluminiumzylinder gesteckt und in 15 ml Dichlormethan²⁸ eingelegt und für mindestens 24 h darin belassen, bevor die Probe auf dem Probenhalter vorsichtig aus der Lösung entnommen und ins REM geschleust wurde. Diese Methode wurde als erste gewählt, da sie sich bewährt hat und das Polycarbonat rückstandslos auflöst.

3.3.2. Trockenätzverfahren

Für die Auflösung des Templots im Trockenätzverfahren wurde etwa ein Viertel des Templots mit den abgeschiedenen Strukturen ausgeschnitten und mit Kohlenstoffleitkleber³⁰ auf einen Aluminium-REM-Probenhalter geklebt. Nach etwa 15-minütiger Trocknungszeit wurde die präparierte Probe dem trockenchemischen Ätzprozess ausgesetzt. Verwendet wurde das Plasmasystem STP 2020³¹. Um die Drahtarrays mit Sauerstoffradikalen freizulegen, mussten zunächst die optimalen Parameter an dem Gerät gefunden werden. Dazu wurden Vorversuche gestartet und die Ergebnisse evaluiert. Hauptkriterium bei den Vorversuchen war es, stabile, freigelegte Drahtarrays ohne Polymerrückstände herzustellen, deren Gestalt und Größe nach der Freilegung erhalten blieb; und das bei einer kurzen Prozessdauer. Verändert wurden die Parameter Leistung (200-1000 W), die Temperatur (25-60°C) und Dauer des Ätzvorgangs (15-120 min). Die besten Einstellungen, die dabei ermittelt wurden, sind in Tabelle 3-4 aufgeführt. Das Prozessgas Sauerstoff (O_2) fließt während des Prozesses mit 1000 sccm³², die anderen beiden Gase Tetrafluormethan (CF_4) und Stickstoff (N_2) mit jeweils 50 sccm³² in die Probenkammer. Die Temperatur wird auf 25°C eingestellt und die Plasmaleistung auf 850 W. Der Druck wird auf 450 mTorr reguliert. Die Nachbehandlung dauert standardmäßig 15 min in reiner Sauerstoffatmosphäre bei 450 mTorr, 25°C und 850 W Plasmaleistung.

Tabelle 3-4: Übersicht über die besten Parameter bei der Freilegung der Drahtarrays.

Parameter	Werte
Leistung in W	850
Temperatur in °C	25
Dauer in min	60
Dauer Sauerstoff-Nachbehandlung in min	15

Im Detail wurden zuerst die drei Gashähne aufgedreht und anschließend die Proben in die Kammer gelegt. Nach dem Schließen der Schleusenkommer wurde das Vakuum durch Drücken des Schalters „Pump ON“ hergestellt. Im nächsten Schritt wurde ein Rezept geladen, das schon vordefinierte Parameter enthielt. Alternativ können auch neue Rezepte erstellt werden bzw. bestehende Rezepte verändert werden. In den Rezepten sind die Parameter Plasmaleistung, Druck, Temperatur, Gasdurchflüsse der drei Gase, Zeit und Nachbehandlungsoptionen hinterlegt. Die Temperaturregelung muss über den Schalter „Heater ON“ aktiviert werden. Nach Beendigung des Prozesses, inklusive der Belüftung der Kammer wurden die Proben entnommen. Zum Schluss sollten die Gashähne wieder verschlossen und die Probenkommer auf Vakuum eingestellt werden. Durch die thermische Aktivierung wegen der erhöhten Probenkommer wurde zwar der Prozess beschleunigt, aber das Ergebnis waren thermische Spannungen im Polymer, die die Arrays zum Teil zerstörten. Aus diesem Grund wurde die Temperatur auf Raumtemperatur gehalten. Das Trockenätzverfahren mit Sauerstoffradikalen wurde angewandt, weil es zu einer schonenderen Auflösung der Template führt.

3.4. Charakterisierungsmethode - Bestimmung der Eigenschaften nach der Synthese

Nach erfolgreicher Freilegung der Drahtarrays konnten nun Charakterisierungen an ausgewählten Arrays erfolgen. Zur Beurteilung der Qualität der Arrays diente das REM, um einen Überblick über die hergestellten Strukturen zu gewinnen. Das Hauptaugenmerk lag auf einer hohen Ausbeute intakter Drahtarrays, verbunden mit einem gleichmäßigen Wachstum, um sie einer repräsentativen Untersuchung des mechanischen Verhaltens am Nanokraftmessplatz unterziehen zu können.

Für die Nickel-Eisen-Drahtarrays wurden zusätzlich die am REM gekoppelte EDX für eine chemische Zusammensetzungsanalyse verwendet. Die folgenden Unterkapitel beschreiben die Durchführung der einzelnen Methoden.

3.4.1. Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie

Das Ziel der REM-Analyse war es, die freigelegten NDAs bzw. SDAs einer ersten optischen Begutachtung zu unterziehen, um sie nach ihrer Qualität zu beurteilen. Es wurden jeweils

Übersichtsbilder in kleinerer Vergrößerung und Detailbilder im vergrößerten Bildausschnitt der freigelegten Drahtarrays, sowohl als Draufsicht als auch in der gewinkelten Perspektive aufgenommen (siehe Abbildung 4-12 bis Abbildung 4-21). Für eine Reproduzierbarkeit der Messergebnisse des mechanischen Verhaltens sollten die untersuchten Arrays eine ausreichende Qualität besitzen. Anhand der hochauflösenden REM-Bilder können die Drahtarrays nach ihrer Qualität beurteilt und vermessen werden. Eine für die mechanische Untersuchung ausreichende Qualität wurde wie folgt definiert:

- (i) Es sollten eine ausreichende Anzahl simultan, gleichmäßig gewachsener Arrays vorhanden sein.**
- (ii) Die gewünschte Gestalt (Anzahl paralleler Drähte, geometrische Form der Arraygrundfläche) und Größe (Drahtdurchmesser, Drahtlänge und Größe der Arraygrundfläche) der Arrays sollten weitestgehend erhalten sein.**

Diese Qualitätsmerkmale wurden zu Grunde gelegt, da eine systematische Studie gestartet werden sollte und die Ergebnisse einzelner Messungen vergleichbar sein mussten. Für eine erste Statistik wurden drei Arrays herangezogen. Damit die Ergebnisse reproduzierbar wurden, war es wichtig, dass die ausgewählten Arrays näherungsweise eine identische Gestalt und Größe aufwiesen und gleichmäßig gewachsen waren.

Für die Untersuchung wurde das hochauflösende REM³³ der TU Darmstadt hinzugezogen. Die auf dem REM-Probenhalter integrierten Strukturen wurden in die Probenkammer eingeschleust und ein Vakuum von weniger als $1,2 \cdot 10^{-5}$ mbar eingestellt. Die Beschleunigungsspannung lag zwischen 15 und 30 kV. Alle topographischen Bilder wurden mittels des Sekundärelektronenkontrastes erstellt. Für die hochauflösenden Bilder wurde die Elektronenstrahlgröße (Spot-Size) auf „3“ eingestellt und gegebenenfalls musste der Astigmatismus, sowie die Neigung bzw. die Verschiebung des Elektronenstrahls korrigiert werden. Für gewinkelte Aufnahmen konnte die gesamte Probenbühne um bis zu 65° gekippt werden.

Die Elektronenstrahlgröße (Spot-Size) wurde für die EDX-Analyse so angepasst, dass die charakteristischen Röntgenstrahlen zu etwa 1000 cps³⁴ bei einer Totzeit von 30-40 % am Detektor detektiert werden konnten. Der Arbeitsabstand bei der Messung sollte in etwa 10 mm betragen. Die Messzeit lag bei diesen Einstellungen bei 90 s.

Anhand der REM-Aufnahmen wurden die Drahtdurchmesser als Mittelwert aus 25 gemessenen Drähten bestimmt. Die Einzelwerte wurden mit der Software ImageJ³⁷ gemessen und sind im technischen Anhang TA-B zu finden. Die ermittelte Drahtanzahl ist das Ergebnis einer

Hochrechnung aus der jeweiligen Drahtflächendichte und der Grundfläche des Arrays, auf dem die Drähte gewachsen sind. Die Größe der Grundfläche wurde aus einem der REM-Detailbilder ermittelt. Als Drahtlänge wurde die Templatdicke angenommen. Alle ermittelten, gemessenen bzw. vorausgesetzten Werte sind für jede Arraykonfiguration jeweils tabellarisch in Tabelle 4-2 bis Tabelle 4-11 zusammengefasst. Zusätzlich sind in den Tabellen in Klammern die jeweiligen Sollwerte mit angegeben.

3.5. Charakterisierungsmethode – Mechanische Charakterisierung

3.5.1. Nanokraftmessplatz

Für die Untersuchung des mechanischen Verhaltens wurde der bereits in Unterkapitel 2.4.1 beschriebene Nanokraftmessplatz³⁶ verwendet. Das folgende Kapitel ist in drei Abschnitte eingeteilt. Zunächst werden die Vorbereitungen am Messplatz im Detail beschrieben, um im Anschluss auf die eigentlichen Messungen einzugehen. Am Ende des Kapitels wird die Auswertung mithilfe eines Makros erläutert.

Vorbereitungen

Vor der Messung am Nanokraftmessplatz mussten einige Vorbereitungen getroffen werden. Zunächst wurde die Messspitze³, die mit dem Kraftsensor³ gekoppelt war, in die Halterung über dem Probenstisch eingebaut, festgeschraubt und mit dem Computer verbunden. Die Mikroskopkamera musste als nächstes mit dem Computer verkabelt werden. Durch Starten der Software „TSVIEW7“ wurde die Kamera aktiviert. Nun konnte die LabVIEW⁴-Steuerungssoftware „Cyberscan_v1.11_standalone.vi“ gestartet werden.

Die im nachfolgenden beschriebenen Felder beziehen sich auf Abbildung 2-8.

In der Software folgte die Initialisierung des xy-Tisches und das Tarieren des Kraftsensors in Feld 1. Im nächsten Schritt wurde in Feld 0.2 der Speicherort und Name eingegeben und durch Drücken des Schalters „Datei anlegen“ aktiviert. Wenn „Log_Bereit“ grün leuchtete, wurde der Sensor-Verstärkungswert (Gain) in Feld 0.1 eingetragen und mit der Enter-Taste bestätigt. Für den in der vorliegenden Dissertation verwendeten Sensor lag er bei 49,58 $\mu\text{N/V}$.

Anschließend wurde eine starre Probe auf den Probenstisch gelegt und die Messspitze lateral und vertikal in der unmittelbaren Nähe der Probe positioniert. Die vertikale Schraube bewirkte beim Drehen im Uhrzeigersinn ein Hochfahren der Messspitze und gegen dem Uhrzeigersinn ein Herunterfahren der Messspitze. Über die Schaltfläche „Kontaktfahrt“ in Feld 3 wurde die Messspitze über die Linearantriebe² der Probenbühne exakt vor der Probe positioniert. Über die

Mikroskopkamera musste überprüft werden, ob die Messspitze nicht zu hoch, aber auch nicht zu tief vor der Probe sitzt, da sonst eine ungleichmäßige Krafteinleitung erfolgte.

Messung

Über die Schaltfläche „Start“ in Feld 4 wurden die Messungen jeweils gestartet. Die Probe wurde zunächst belastet und dann wieder entlastet, indem sich die Messspitze zunächst vorwärts und dann rückwärts in die Ausgangsposition bewegte. Die auf den Kraftsensor wirkenden Kräfte wurden pro Auslenkungsinkrement aufgezeichnet.

Die erste Probe war eine starre Aluminiumplatte. Diese Platte wurde benötigt, um den Korrekturfaktor zu bestimmen (nähere Informationen hierzu finden sich in Unterkapitel 2.4.1 bzw. Gleichung 2-2). Es folgten zehn Messungen an drei verschiedenen Stellen der Probe.

Die nächsten Proben waren die Drahtarrays. Der Probenhalter, auf dem sie standen, wurde mit kleinen Schrauben auf dem Probentisch fixiert, um eine Verschiebung des gesamten Probenhalters auszuschließen. Es wurden an drei Arrays jeweils zehn Messungen durchgeführt und die Messpunkte graphisch dargestellt.

Die eingestellten Parameter, die im Feld 2.1 und 2.2 eingetragen und jeweils mit der Enter-Taste bestätigt wurden, sind in Tabelle 3-5 zusammengefasst. Im Detail bedeuten die Werte, dass es sich um eine wegkontrollierte Messung handelt, da die maximale Auslenkung früher erreicht wird als die maximale Kraft. Bei der Aufnahme der Kraft-Weg-Kurven der starren Probe wurden die Parameter so gewählt, dass sich die Messspitze innerhalb von 100 ms um 50 nm verschob und die dabei am Kraftsensor detektierte Kraft für 1000 ms gemessen wurde. Für die Arrays wurden die Parameter so gewählt, dass sich die Messspitze innerhalb von 50 ms um 50 nm und die dabei am Kraftsensor detektierte Kraft für 200 ms gemessen wurde. Alle 100 nm wurde ein Messwert in der Grafik aufgezeichnet bzw. als Messpunkt abgespeichert. Die Messung der Kraft-Weg-Kurve der starren Probe wurde insgesamt dreimal wiederholt. Die Messung der Kraft-Weg-Kurve der Arrays jeweils zehnmal.

Tabelle 3-5: Zusammenstellung der am besten geeigneten Parameter für die mechanische Untersuchung der starren Probe bzw. der Arrays, die in den jeweiligen Feldern eingetragen wurden (siehe Abbildung 2-8; Feld 2.1 und 2.2)

Feld	Einstellung	Werte starre Probe	Werte Arrays
Feld 2.1 - I	Maximale Kraft in μN	100	3
Feld 2.1 - II	Maximaler Weg in nm	10000	1000
Feld 2.1 - III	Länge μ -Schritt in nm	50	50
Feld 2.1 - IV	Dauer μ -Schritt in ms	100	50
Feld 2.1 - V	Messauflösung in nm	100	100
Feld 2.1 - VI	Messzeit in ms	1000	200
Feld 2.2	Anzahl der Messungen	3	10

Das „Video A“ im technischen Anhang TA-V zeigt eine repräsentative Messung im Zeitraffer. Abbildung 3-6 zeigt das Messszenario eines $50\ \mu\text{m}$ großen Platin-Drahtarrays. Die Messspitze wurde dabei zwischen zwei Arrays kurz vor dem zu untersuchenden Array positioniert. Die anschließende Be- und Entlastung führte zu einer Auslenkung des Arrays in lateraler Richtung.

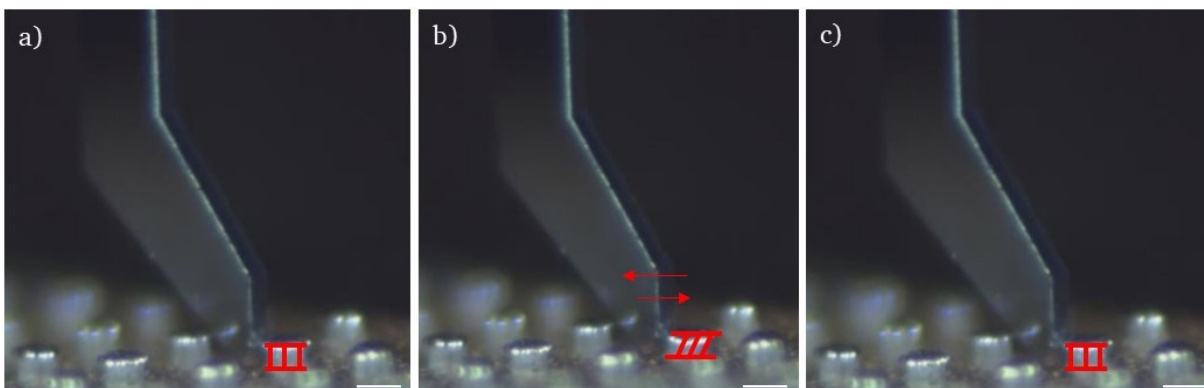


Abbildung 3-6: Vergrößerte Aufnahme des Messszenarios. Gezeigt sind die drei Stufen bei der mechanischen Charakterisierung der Arrays, welche einen Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$ besitzen. a) Positionierte Messspitze vor dem Array (Array in Ausgangszustand). b) Der Moment bei maximaler Belastung (Array voll ausgelenkt). c) Messspitze wieder in der Ausgangsposition (Array voll entlastet). Die Pfeile stellen die Bewegungsrichtung der Messspitze bei der Messung dar. Die roten Linien stellen stilisiert ein Array in der Ausgangsposition und in der ausgelenkten Position dar (M. jeweils $50\ \mu\text{m}$).

Programmierung eines Makros

Bei der Aufnahme der Kraft-Weg-Kurven an einzelnen Drahtarrays entsteht schnell eine sehr große Anzahl an Datenpunkten. Um die Auswertung dieser großen Datenmenge zu vereinfachen und vor allem schnell und sicher durchzuführen, wurde im Rahmen dieser Dissertation ein Skript mit „Visual BASIC for Applications“ (VBA)⁵ für Microsoft Excel 2010

programmiert. Das vollständige Skript des Makros und eine ausführliche Erklärung aller Funktionen sind im technischen Anhang TA-C aufgeführt. Die wichtigsten Funktionen sind im Folgenden erläutert.

Erkennung des Wechsels zwischen Einzelmessungen

Die Software des Nanokraftmessplatzes schreibt untereinander alle Messpunkte in ein einziges Microsoft-Excel-Tabellenblatt. Hierbei kann nur manuell zwischen Messung M und Messung $M+1$ unterschieden werden. Abbildung 3-7 zeigt die Problematik. Nur durch die manuelle Suche eines Zahlenwechsels in Spalte G kann zwischen erster und zweiter Messung (hier: Zeile 85/86) unterschieden werden. Für eine große Anzahl an Messungen ist die manuelle Suche sehr zeitaufwändig.

Das Skript scannt Spalte G von der ersten bis zur letzten Zeile ab und fügt immer dann automatisch eine Leerzeile ein, wenn sich der Zahlenwert in Spalte G ändert, so dass im nächsten Schritt alle Datenpunkte automatisch von Leerzeile zu Leerzeile kopiert und jeweils in ein neues Tabellenblatt eingefügt werden können. Das Dokument ist demnach nun um M Tabellenblätter erweitert worden, wobei die Einzelmessungen getrennt in den einzelnen Tabellenblättern vorliegen. Ein großer Vorteil dieser Methode ist, dass für alle weiteren Schritte nun eine Schleife (engl. loop) angewendet werden kann und somit das Skript von der Anzahl der Messungen M unabhängig ist.

	A	B	C	D	E	F	G
1	Position	Kraft	Zeit	Widerstand	Dauer μ -Schritt	Länge μ -Schritt	# Messung
2	0	-0,063030456	42062,52374	0	50	50	1
3	0	-0,062777688	42062,52374	0	50	50	1
4	0	-0,063030456	42062,52374	0	50	50	1
5	-1	-0,061085548	42062,52374	0	50	50	1
6	99	0,081587824	42062,52375	0	50	50	1
7	100	0,092737692	42062,52375	0	50	50	1
8	100	0,091157893	42062,52375	0	50	50	1
9	100	0,097034744	42062,52375	0	50	50	1
10	200	0,236057025	42062,52375	0	50	50	1
11	200	0,247242	42062,52375	0	50	50	1
12	200	0,247115616	42062,52375	0	50	50	1
13	200	0,242867713	42062,52375	0	50	50	1
14	300	0,369455224	42062,52375	0	50	50	1
15	299	0,389487071	42062,52375	0	50	50	1
16	300	0,385695554	42062,52375	0	50	50	1
17	300	0,382915108	42062,52375	0	50	50	1
18	400	0,510752415	42062,52376	0	50	50	1
19	399	0,520280357	42062,52376	0	50	50	1
20	400	0,516313307	42062,52376	0	50	50	1
21	400	0,516818842	42062,52376	0	50	50	1
22	500	0,641686128	42062,52376	0	50	50	1
23	499	0,644656149	42062,52376	0	50	50	1
24	499	0,649964273	42062,52376	0	50	50	1
25	500	0,643329118	42062,52376	0	50	50	1
78	99	0,074475219	42062,52381	0	50	50	1
79	100	0,009197939	42062,52381	0	50	50	1
80	99	0,008502827	42062,52381	0	50	50	1
81	99	0,009387515	42062,52381	0	50	50	1
82	-1	-0,065052598	42062,52381	0	50	50	1
83	0	-0,122178117	42062,52381	0	50	50	1
84	0	-0,031434483	42062,52381	0	50	50	1
85	-1	-0,0297283	42062,52381	0	50	50	1
86	0	-0,034530888	42062,52381	0	50	50	2
87	-1	-0,033456625	42062,52381	0	50	50	2
88	-1	-0,028211693	42062,52382	0	50	50	2
89	-1	-0,029222764	42062,52382	0	50	50	2
90	100	0,055608913	42062,52382	0	50	50	2
91	99	0,065817923	42062,52382	0	50	50	2
92	100	0,067840065	42062,52382	0	50	50	2
93	100	0,069791994	42062,52382	0	50	50	2

Abbildung 3-7: Beispiel für die Microsoft-Excel-Tabelle direkt nach der Messung. Die Software schreibt alle Messpunkte Zeile für Zeile in ein einziges Tabellenblatt. Der Wechsel zwischen der ersten und der zweiten Messung kann in Spalte G abgelesen werden und ist hier in Zeile 85/86 zu finden (rot markiert). Vier Messwerte gehören zu einem μ -Schritt (blau markiert).

Mittelwertbildung mehrerer Messpunkte pro Schritt

Der Kraftsensor misst pro Schritt in der vorgegebenen Messzeit mehrere Messwerte (siehe Abbildung 3-7; z. B. Zeile 6 bis 9: Vier Messwerte gehören zu einem 100 nm-Schritt). Für die Auswertung sind nur die Mittelwerte von Interesse. Eine manuelle Berechnung jedes einzelnen Mittelwertes ist wiederum mühsam und fehleranfällig.

Das Skript berechnet pro Schritt (bei Angabe der Anzahl der Messpunkte, hier: „4“) automatisch den Mittelwert aus jedem Positionswert (Spalte A) und aus jedem Kraftwert (Spalte B) und schreibt diese in das gleiche Tabellenblatt in neue Spalten. Dieser Vorgang wird mit Hilfe einer Schleife für jedes einzelne Tabellenblatt (=jede einzelne Messung) wiederholt.

Graphische Darstellung und Bestimmung der Steigung

Der wichtigste Kennwert bei der Messung der Arrays ist die Federkonstante bei lateraler Belastung. Dieser Wert lässt sich aus der Steigung der graphischen Darstellung der Messpunkte bestimmen. Ein manuelles Erstellen von sehr vielen Graphen der zahlreichen untersuchten Arrays inklusive der dazugehörigen Trendlinien nimmt sehr viel Zeit in Anspruch.

Das Skript erstellt automatisch die graphischen Darstellungen, bestimmt die jeweiligen Steigungen und kopiert sie übersichtlich in ein neues Tabellenblatt. Auch hier wird die Schleifenfunktion genutzt, um den Vorgang für jede Einzelmessung zu wiederholen.

Im letzten Schritt wird über das Skript der Korrekturfaktor (=die Federkonstante des Sensors) pro Messpaar berücksichtigt, graphisch dargestellt, die Federkonstante aus der Steigung des Graphen ermittelt und übersichtlich in ein neues Tabellenblatt kopiert.

4. Ergebnisse und Diskussion - Synthese

In Kapitel 4 werden alle Ergebnisse thematisiert und diskutiert, die mit der Synthese der Arrays in Verbindung stehen. In Unterkapitel 4.1 wird auf die Ergebnisse der Reproduktion mit gleichzeitiger Optimierung des Herstellungsprozesses der Platin-NDAs aus [5] eingegangen, um die in Unterkapitel 3.4.1 definierten Qualitätsmerkmale zu erfüllen. In Unterkapitel 4.2 werden die Ergebnisse zur Herstellung der NDAs und SDAs aus Platin dargestellt. Gezeigt werden verschiedene Arraygestalten und -größen, die mit verschiedenen Lochmasken hergestellt wurden. Eine Beurteilung der Lochmaskenqualität folgt am Ende dieses Unterkapitels. Auf dieser Beurteilung basierend werden Arrays in ausgewählter Gestalt und Größe für die mechanische Charakterisierung herangezogen. In Unterkapitel 4.3 werden die Ergebnisse der Synthese für Platin-NDAs und -SDAs in Anlehnung an das erste Ziel zusammengefasst. Unterkapitel 4.4 behandelt die Synthese und die Auswahl bestimmter NDAs und SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe aus Nickel-Eisen. Diese Auswahl beruht auf einer systematischen Variation des Drahtdurchmessers, der Drahtanzahl und der Drahtlänge (gleichbleibende Drahtlänge bei Nickel-Eisen). Am Ende werden die Ergebnisse der Synthese für Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs in Anlehnung an das zweite Ziel in Unterkapitel 4.5 zusammengefasst. Erste Ergebnisse zur erfolgreichen Synthese der Drahtarrays wurden in [199] veröffentlicht.

4.1. Synthese und Optimierung von Platin-NDAs

Im nachfolgenden Unterkapitel wird beschrieben, wie es gelingt, Platin-NDAs in einer optimierten Form herzustellen.

4.1.1. Reproduktion und Optimierung der Platin-NDAs

In [5] konnten simultan viele Arrays hergestellt werden, jedoch war die Ausbeute quasi-identischer Arrays gering, da zum einen ein ungleichmäßiges Wachstum stattfand und zum anderen durch die nasschemische Templatauflösung bei der Freilegung der Arrays ein großer Teil der Gestalt (Anzahl der parallelen Drähte) verloren ging, wie z. B. durch ein Zusammenkleben, Abbrechen oder Wegschwemmen einzelner ND. Eine mechanische Charakterisierung an solchen Arrays ist nicht sinnvoll, da sich die Arrays untereinander stark unterscheiden und auch die Kappen nicht gleichmäßig ausgeprägt sind (siehe Abbildung 1-1b und c). Basierend auf den Vorversuchen in [5] wurden die Abscheidebedingungen soweit angepasst, bis die in Abbildung 4-1a und b reproduzierten Platin-NDAs hergestellt werden konnten. Die angepassten Abscheidebedingungen sind in Tabelle 3-2 aufgeführt.

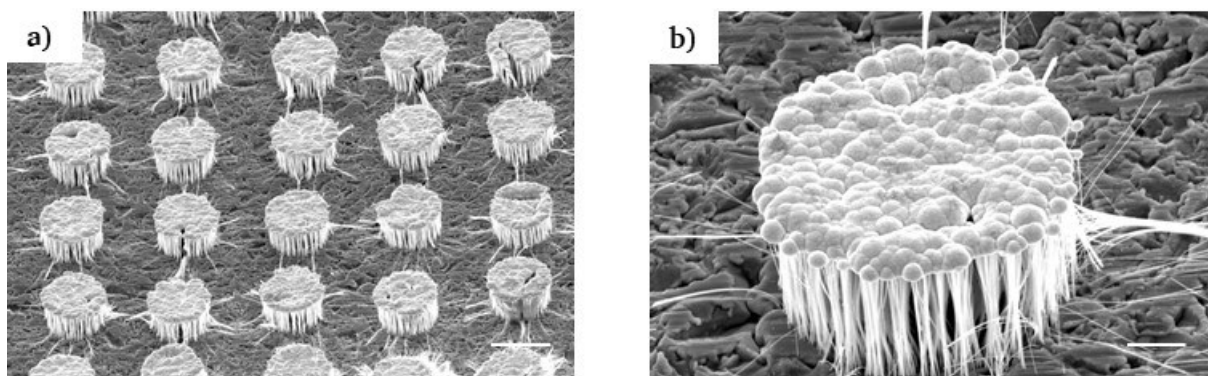


Abbildung 4-1: REM-Aufnahmen der für diese Dissertation durch die Anpassung der Abscheidebedingungen reproduzierten Platin-NDAs, welche mit der nasschemischen Methode freigelegt wurden. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt viele stabile Platin-NDAs, die simultan hergestellt wurden und periodisch angeordnet sind (M. 50 μm). b) Nahaufnahme eines einzelnen Arrays, bei dem ein Teil der Gestalt nicht erhalten ist (M. 10 μm).

Die reproduzierten Platin-NDAs erfüllten immer noch nicht alle Qualitätsmerkmale. Die erste Optimierung durch die Anpassung der Abscheidebedingungen führte zwar zu einer ausreichenden Ausbeute von Arrays, die nach der Freilegung stabil waren und gleichmäßig gewachsen waren, aber sie zeigten ein Zusammenkleben, Abbrechen und Wegschwemmen einzelner Drähte, wie es auch schon in Abbildung 1-1b und c zu beobachten war.

Einflussfaktor: nasschemische Templatauflösung

Es ist, basierend auf den vorliegenden Erfahrungen, nicht möglich, das wichtige Merkmal, die Anzahl der parallelen Drähte, zu bewahren, wenn nasschemische, organische Lösemittel zur Freilegung der Arrays zum Einsatz kommen. Das Zusammenkleben, Abbrechen und Wegschwemmen einzelner Drähte geschieht durch verschiedene Kräfte, die bei der Auflösung im organischen Lösemittel auf die Arrays einwirken. Zum einen kommt es zu einem Aufquellen des Polymers im Dichlormethan und zum anderen zu Oberflächenspannungen aufgrund der Verdunstung des Lösemittels. Das führt letztendlich dazu, dass es nicht sinnvoll ist, die freigelegten Arrays für die mechanische Charakterisierung heranzuziehen, da die genannten Beschädigungen unkontrollierbar entstehen und das mechanische Verhalten unkontrollierbar beeinflussen. Eine Optimierung der Templatauflösung ist ein wichtiger Schritt, in Bezug auf das mechanische Verhalten der Arrays, da zusammengeklebte und/oder aus dem Array entfernte Drähte die Eigenschaften des Arrays verändern, was schließlich auch einen Einfluss auf das mechanische Verhalten gegenüber externen Kräften mit sich bringt. Ein Beispiel wäre: Von 1000 Drähten werden durch die nasschemische Auflösung 200 Drähte zerstört und entsprechend wären nur noch 800 Drähte als Verbund im Array vorhanden. Das theoretische Array mit der Solldrahtanzahl wird eine andere Flexibilität auf äußere Biegungen aufweisen als das reale Array mit den zerstörten Drähten. Das Array mit weniger Drähten wäre deutlich flexibler als das mit mehr Drähten (siehe Gleichung 2-9 und Gleichung 2-12). Für eine Produktion

gleichartiger Arrays, die vor allem in der Drahtanzahl annähernd gut übereinstimmen müssen, musste eine Optimierung bei der Freilegung der Arrays stattfinden.

4.1.2. Optimierung der Templatauflösung

Das beste Resultat der Templatauflösung nach Vorversuchen des Trockenätzverfahrens ist in Abbildung 4-2 dargestellt.

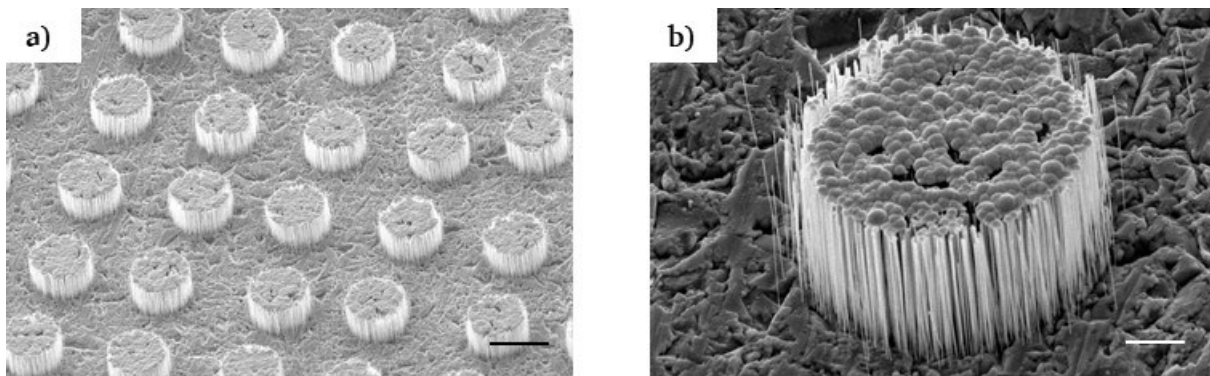


Abbildung 4-2: REM-Aufnahmen der optimierten Platin-NDAs nach der Freilegung durch das Trockenätzverfahren. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt viele Platin-NDAs, die simultan hergestellt wurden und periodisch angeordnet sind (M. 50 μm). b) Nahaufnahme eines einzelnen Arrays mit nahezu vollständiger Erhaltung der Gestalt (M. 10 μm).

Die nach der zweiten Optimierung hergestellten Platin-NDAs erfüllen alle Anforderungen an die Qualität: Simultan können eine ausreichende Anzahl stabiler Drahtarrays hergestellt werden, deren Gestalt nach der Freilegung nahezu vollständig erhalten ist. Es sind kaum Drähte abgebrochen und ein Zusammenkleben ist nicht zu erkennen. Sie stehen parallel zueinander, genau wie sie im Templat gewachsen sind. Die simultan abgeschiedenen Arrays sind nun alle nahezu identisch und können für die mechanische Charakterisierung verwendet werden. Dadurch werden reproduzierbare Ergebnisse erwartet.

4.2. Platin-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe

Im vorigen Unterkapitel wurde die Reproduzierbarkeit der optimierten Herstellung der NDAs nach den in Unterkapitel 3.4.1 definierten Qualitätsmerkmalen als gegeben erklärt. Die reproduzierten Platin-NDAs haben eine kreisförmige Grundfläche à 50 μm Durchmesser, eine Drahtlänge von 30 μm und eine Drahtflächendichte von 10^8 cm^{-2} . Im folgenden Unterkapitel werden Antworten auf die Frage gesucht, ob es realisierbar ist, Platin-NDAs und -SDAs in anderer Gestalt (Anzahl der parallelen Drähte, geometrische Form der Arraygrundfläche) und Größe (Drahtdurchmesser, Drahtlänge, Größe der Arraygrundfläche) zu synthetisieren.

4.2.1. Einsatz von Lochmasken

In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse vorgestellt, die durch die Verwendung von verschiedenen Lochmasken bei der Bestrahlung gesammelt wurden, um Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe herzustellen. Am Ende dieses Unterkapitels werden die Vor- und Nachteile bezüglich der Qualität der jeweils eingesetzten Masken beurteilt.

Einsatz von lithographisch hergestellten Nickellochmasken

Eine Methode, die Lithographie-Technik, macht es möglich, verschieden große Drahtarrays aus vielfältigen Arraygrundflächenformen und -größen herzustellen. Abbildung 4-3 zeigt REM-Aufnahmen von Drahtarrays, die mit der in Unterkapitel 3.1.1 beschriebenen Lochmaske hergestellt wurden. Sie haben die Grundflächenformen der Logos der beiden beteiligten Fachgebiete bzw. des Forschungszentrums, das bei der Maskenbestrahlung unterstützt hat, aus zusammenklebenden Drähten ohne Kappen.

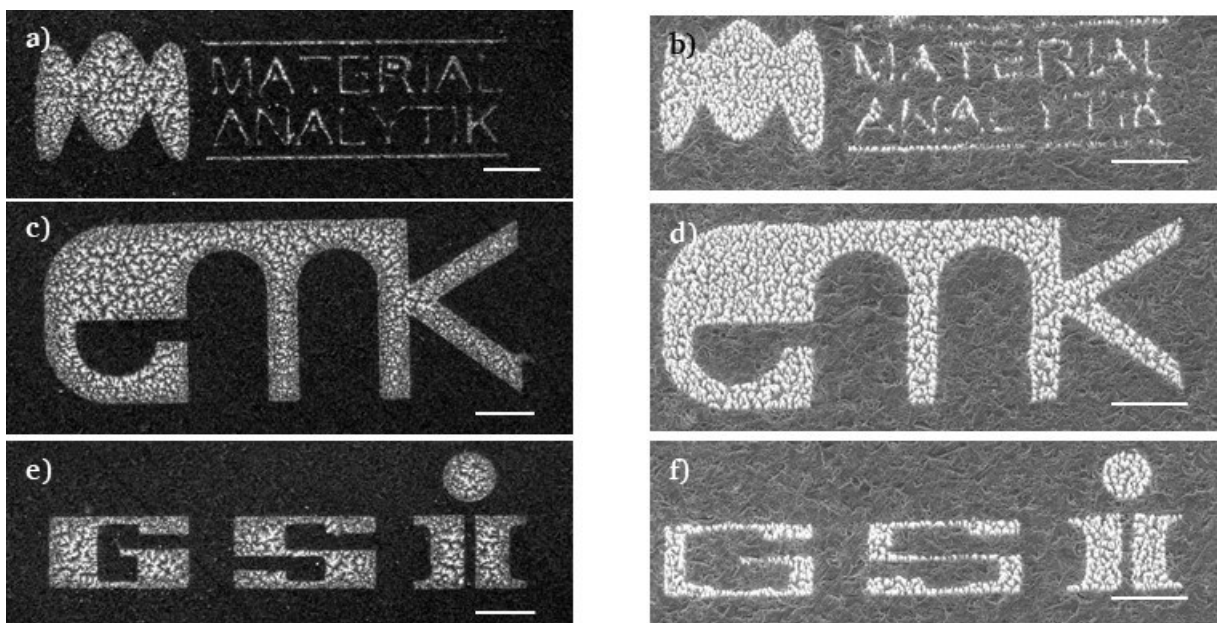


Abbildung 4-3: REM-Aufnahmen von optimierten Drahtarrays ohne Kappen, die die Logos der im Projekt beteiligten Gruppen darstellen. Die Bilder a), c) und e) stellen die Logos in großem Format dar (M. jeweils 250 µm). b), d) und f) stellen die Logos in kleinerem Format dar (M. jeweils 100 µm). a)+b) Logo des Fachgebiets Materialanalytik, c)+d) Logo des Instituts EMK, e)+f) Logo der GSI.

Die Logos, die in der linken Bildspalte dargestellt sind, haben eine Ausdehnung von etwa 2 mm. Die Logos in der rechten Spalte sind mit einer Ausdehnung von etwa 0,7 mm weniger als halb so groß.

Einsatz von Laser-gebohrten Stahllochmasken

Im Folgenden sind verschiedene Grundflächenformen und -größen von Platin-Drahtarrays aufgeführt, die in Polycarbonattemplat gewachsen sind, nachdem sie durch eine Laser-gebohrte Stahllochmaske bestrahlt wurden. Die nachfolgenden Abbildungen (siehe Abbildung 4-4 bis Abbildung 4-11) zeigen zum einen jeweils lichtmikroskopische Aufnahmen der Lochmaskenoberfläche in der Übersicht und im Detail. Zum anderen werden die im maskenbestrahlten Templat erzeugten Arrays als REM-Aufnahmen in der Übersicht und im Detail abgebildet. Das Hauptaugenmerk der Beurteilung lag auf der Bestimmung der jeweiligen Lochdimension, der Lochform, der Abweichung von der Soll-Form und der Form der Grundfläche der daraus resultierenden Arrays.

Dreieckige Grundfläche (Soll-Kantenlänge des gebohrten Dreiecks: 87 μm)

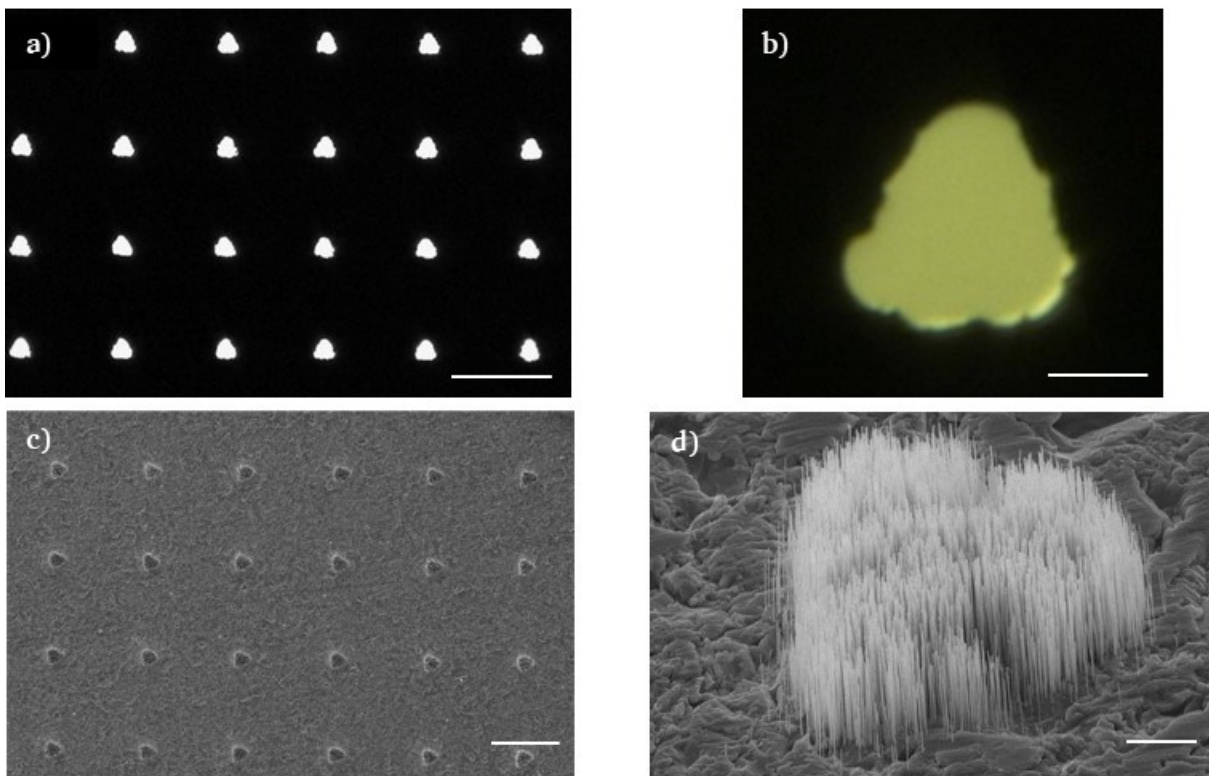


Abbildung 4-4: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 200 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine dreieckige Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm).

Abbildung 4-4a zeigt die Lochmaske für eine dreieckige Grundflächenform des Arrays. In der Nahaufnahme wird deutlich, dass die Ecken abgerundet sind und die Kanten eine wellenartige Form annehmen. Die Kantenlänge des „Dreiecks“ weicht mit 50 μm von der gewünschten Kantenlänge von 87 μm um 37 μm ab. Dies hat zur Folge, dass auch die erzeugten Arrays keine

ideale dreieckige Grundflächenform besitzen, was in der REM-Nahaufnahme zu erkennen ist. Die Abscheidung wurde bei dem Array vor dem Kappenwachstum gestoppt. Die Kantenlänge beträgt $44\text{ }\mu\text{m}$. Die Arraygrundflächenform ist eher herzförmig statt dreieckig.

Quadratische Grundfläche (Soll-Kantenlänge des gebohrten Quadrats: $75\text{ }\mu\text{m}$)

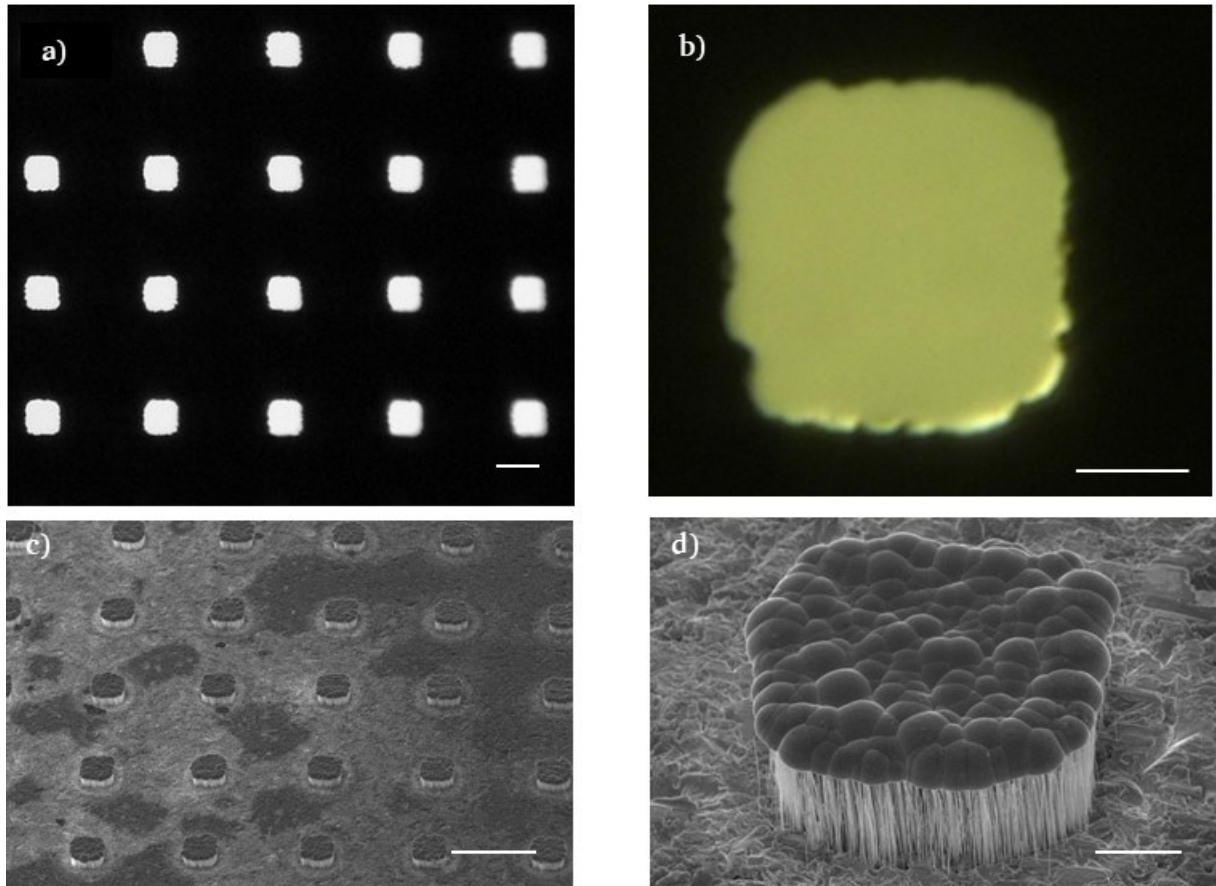


Abbildung 4-5: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. $100\text{ }\mu\text{m}$). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform aufweisen soll (M. $25\text{ }\mu\text{m}$). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays (45° -Blickwinkel). Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. $200\text{ }\mu\text{m}$). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45° -Blickwinkel) (M. $20\text{ }\mu\text{m}$).

Die Beobachtungen an dieser Lochmaske zeigen in der Nahaufnahme ähnliche Effekte, wie die zuvor beschriebene Lochmaske. Die Ecken des Loches sind abgerundet und zudem sind die Kanten nicht ideal geradlinig. Die Kantenlänge ist mit $78\text{ }\mu\text{m}$ um wenige μm größer als der Sollwert von $75\text{ }\mu\text{m}$. Die Größe der Grundfläche des Arrays weicht mit einer Kantenlänge von $77\text{ }\mu\text{m}$ um $2\text{ }\mu\text{m}$ vom Sollwert ab. Die Quadratform ist annähernd erreicht.

Quadratische Grundfläche (Soll-Kantenlänge des gebohrten Quadrats: 50 μm)

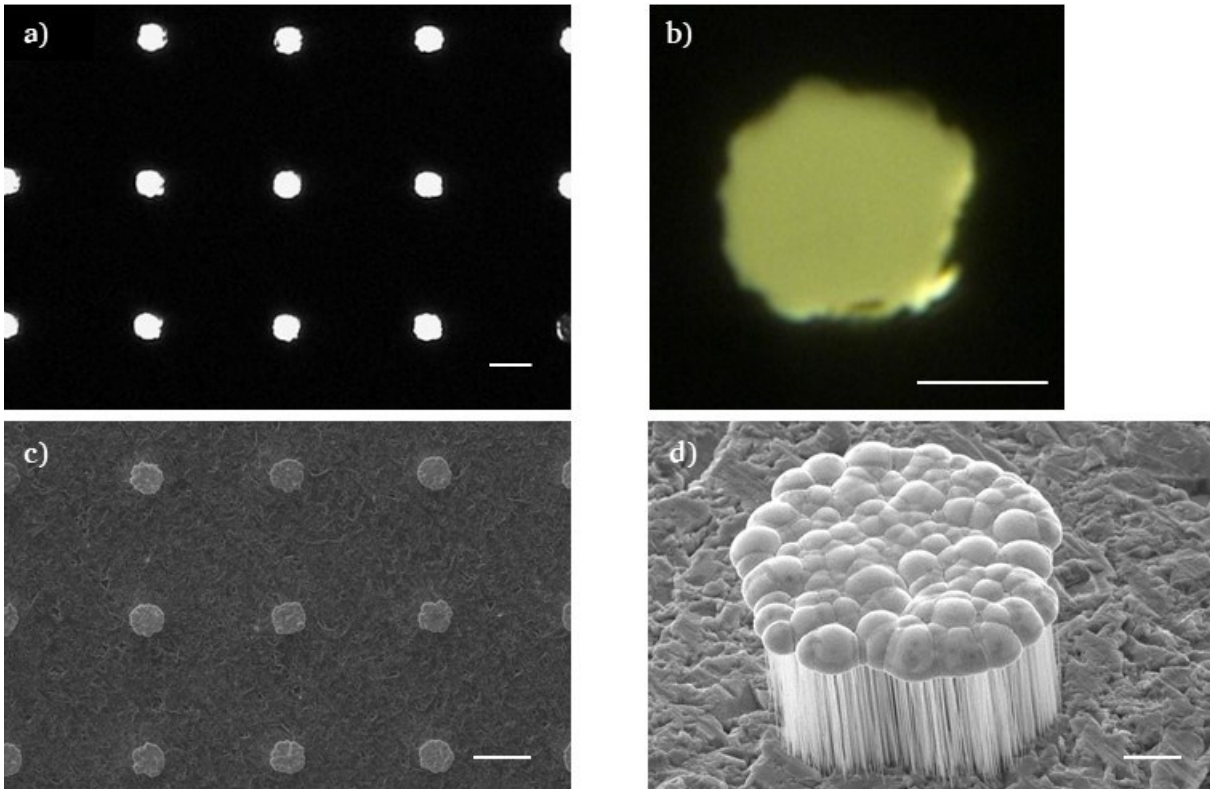


Abbildung 4-6: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 75 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 100 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm).

Bei diesem Array hat die Dimension des Loches wieder einen Einfluss auf die Form der Arraygrundfläche. Da das Loch gerade einmal doppelt so groß ist wie der Strahldurchmesser des Lasers, kann hier keine annähernd zufriedenstellende Quadratform erzeugt werden. Die Form ist eher kreisförmig und auch die Wellenform ist zu erkennen. Die Kantenlänge mit 51 μm kommt dem Sollwert von 50 μm sehr nah. Das Loch ist mit 46 μm um 4 μm kleiner als der Soll-Wert von 50 μm .

Quadratische Grundfläche (Soll-Kantenlänge des gebohrten Quadrats: 125 μm)

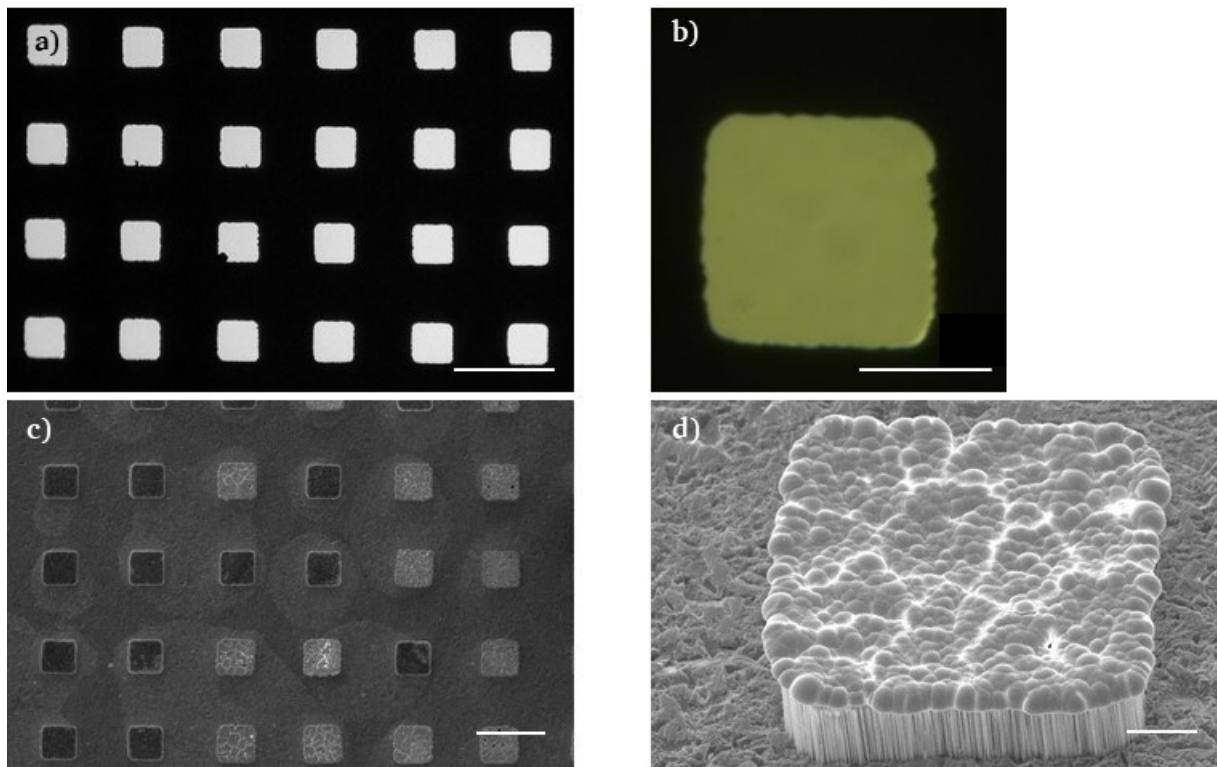


Abbildung 4-7: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 200 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform aufweisen soll (M. 75 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 250 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 25 μm).

Auch in der Nahaufnahme der Lochmaske, die Quadrate mit 125 μm langen Kanten produzieren sollte (siehe Abbildung 4-7b) sind die Ecken des Loches abgerundet und die Kanten nicht ideal geradlinig, was wiederum zu Arrays führte, die keine ideale viereckige Grundfläche besitzen. Die quadratische Form ist bei diesen größeren Arrays stärker und die Wellenform in den Kanten weniger stark ausgeprägt als bei den vorher gezeigten kleineren Arrays. Die Kantenlänge des Loches ist mit 134 μm etwa 9 μm größer als der Sollwert. In Abbildung 4-7c sind Arrays zu erkennen, die Kappen enthalten und andere ohne Kappen. Die Ausdehnung des Arrays kommt mit 127 μm dem Sollwert von 125 μm sehr nahe.

Kreisförmige Grundfläche (Soll-Durchmesser des gebohrten Kreises: 250 μm)

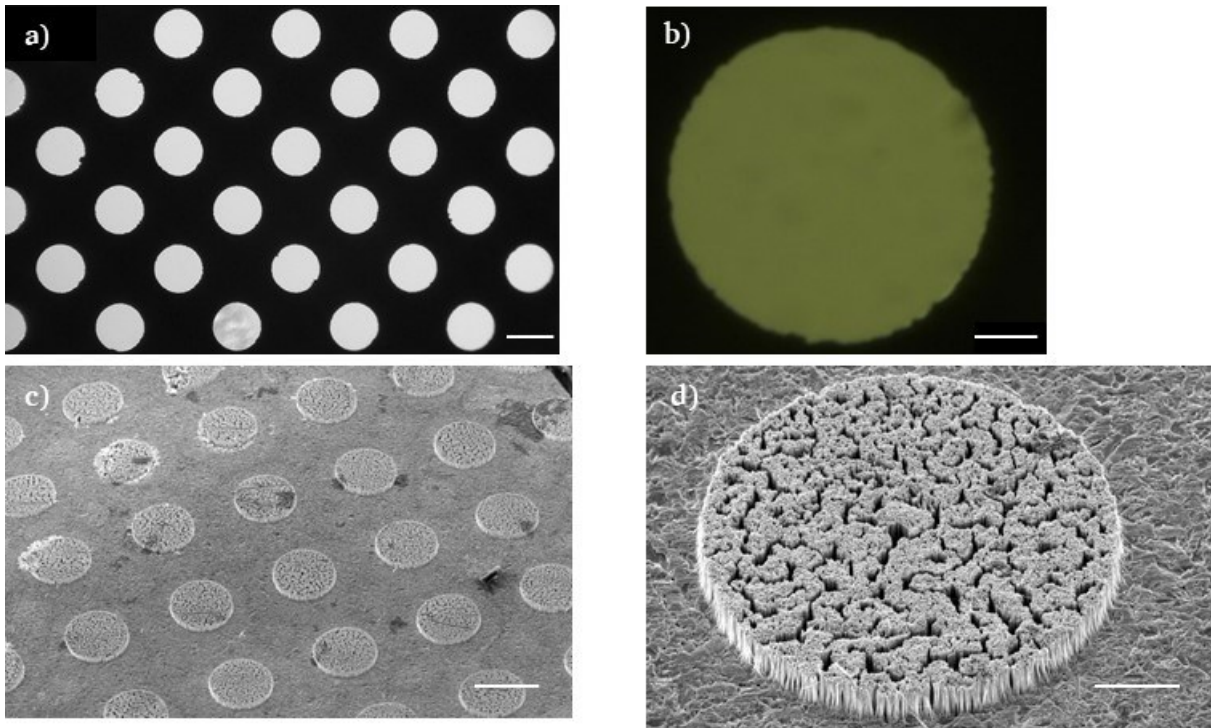


Abbildung 4-8: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 250 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 50 μm). c) REM-Aufnahme auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays (45°-Blickwinkel). Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 250 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 50 μm).

Abbildung 4-8c und d zeigen REM-Aufnahmen der Platin-Drahtarrays ohne Kappen mit kreisförmiger Grundfläche. Der Soll-Durchmesser von 250 μm für die Kreise ist mit 249 μm annähernd gleich. Die Elektrodeposition wurde vor dem Kappenwachstum gestoppt und das Templat im nasschemischen Prozess aufgelöst. Das Laser-gebohrte Loch ist mit 256 μm etwas größer als der vorgegebene Wert von 250 μm . Insgesamt ist eine nahezu ideale kreisförmige Grundflächenform, sowohl im Loch als auch im Array vorhanden.

Kreisförmige Grundfläche (Soll-Durchmesser des gebohrten Kreises: 125 μm)

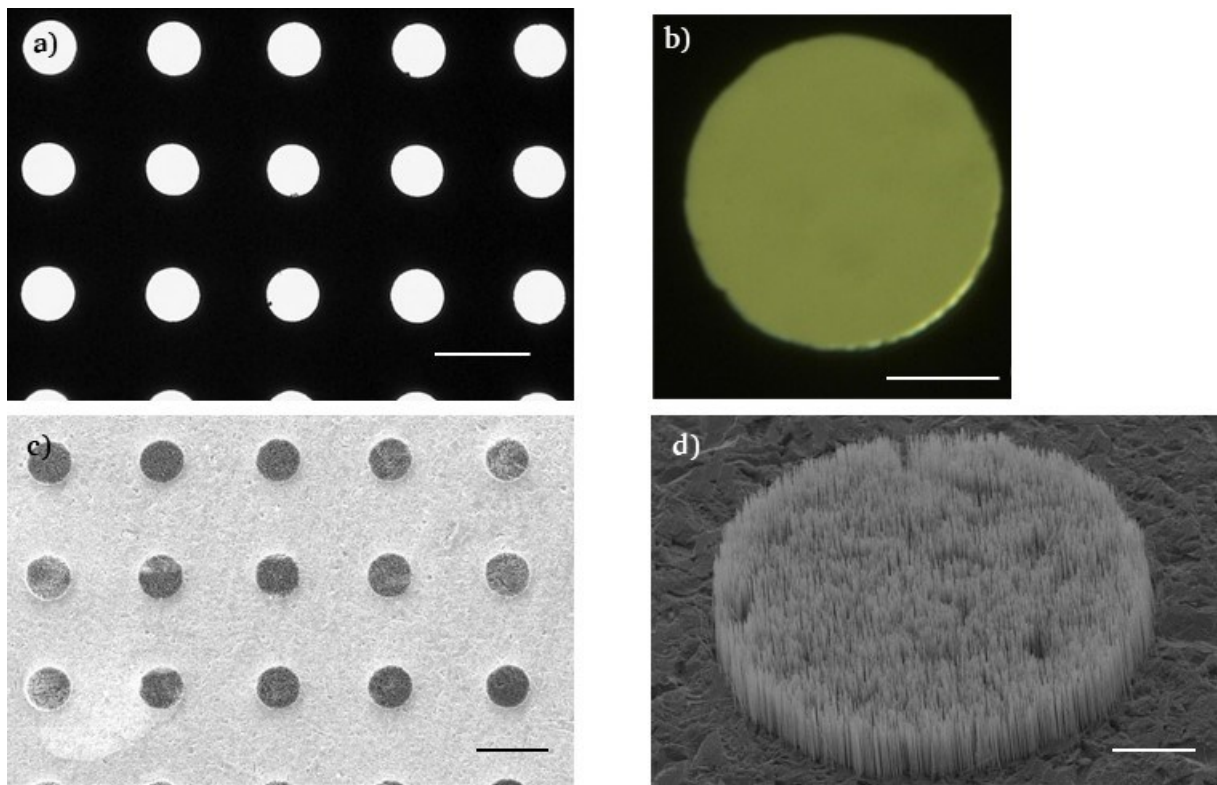


Abbildung 4-9: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 250 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 50 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 25 μm).

Abbildung 4-9c und d zeigen REM-Aufnahmen von Platin-Drahtarrays mit einem Solldurchmesser von 125 μm . Dieser wird mit 128 μm um 3 μm überschritten. Die Elektrodeposition wurde vor dem Kappenwachstum gestoppt und das Templat mittels Trockenätzverfahren aufgelöst. Das Loch ist mit 140 μm deutlich größer als der Sollwert von 125 μm , zeigt jedoch annähernd eine kreisförmige Grundflächenform.

Kreisförmige Grundfläche (Soll-Durchmesser des gebohrten Kreises: 25 μm)

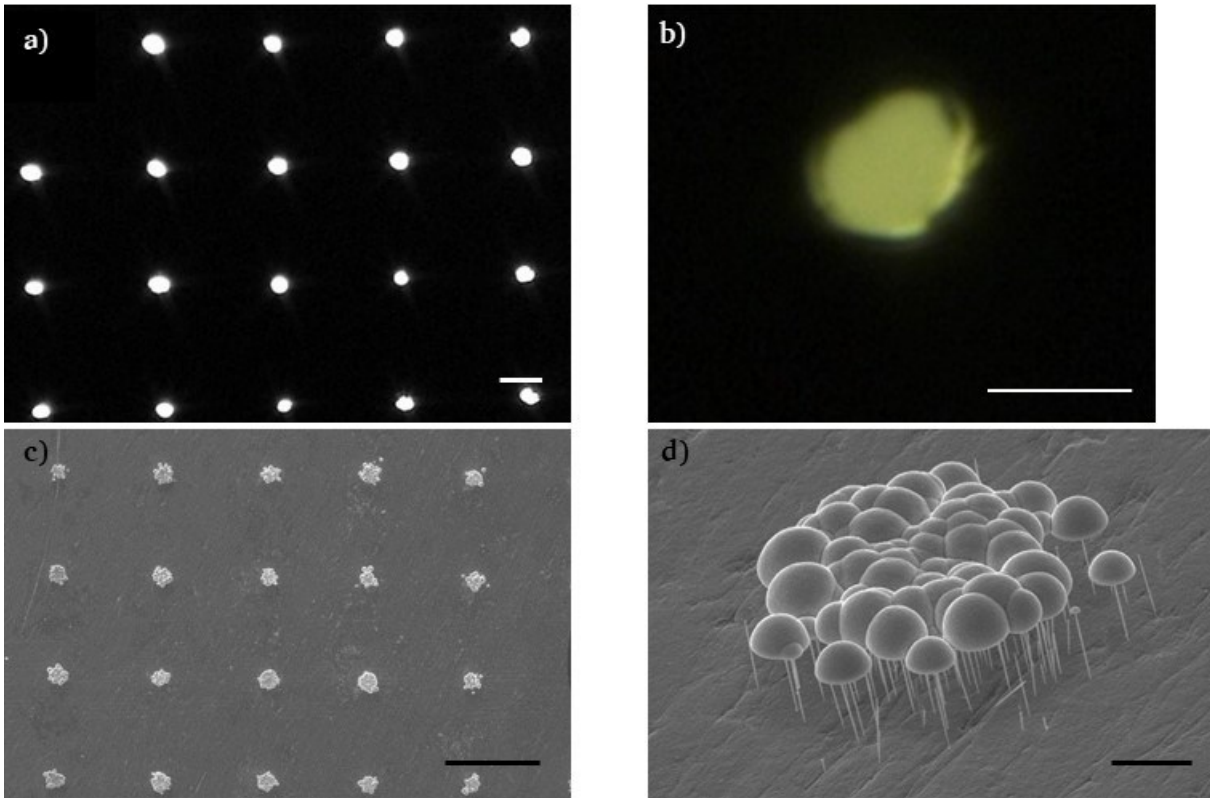


Abbildung 4-10: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 75 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (55°-Blickwinkel) (M. 10 μm).

Abbildung 4-10c und d zeigen REM-Aufnahmen von Platin-Drahtarrays, die eine kreisförmige Grundflächenform mit einem Durchmesser von 25 μm aufweisen sollten. Der Durchmesser des Loches ist mit 25 μm perfekt, jedoch ist die Kreisform nicht erhalten. Die Löcher der Maske ähneln jedoch einer ovalen Form, die sich auf das darin erzeugte Array überträgt, das einen Durchmesser von 39 μm aufweist.

Einsatz von einer Vierfeldlochmaske aus Kupfer

Eine dritte Lochmaske, die verwendet wurde, ist die Vierfeldlochmaske [5, 45, 197]. Sie besteht aus kreisförmigen Löchern mit einem Durchmesser von 50 μm und einem Abstand von 50 μm bzw. 100 μm zueinander. Beispielhaft ist der Bereich mit 100 μm Abstand in Abbildung 4-11 abgebildet.

Kreisförmige Grundfläche (Soll-Durchmesser des Kreises: 50 μm)

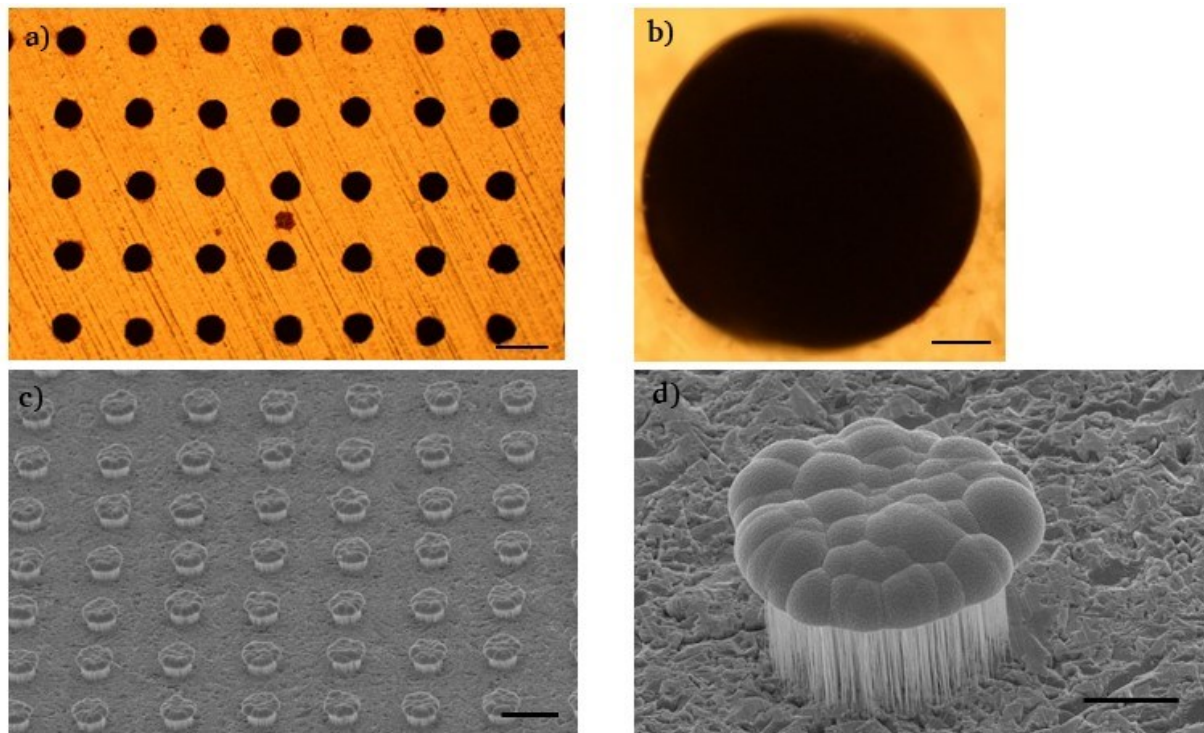


Abbildung 4-11: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Vierfeldlochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 100 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 10 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (50°-Blickwinkel) (M. 100 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (50°-Blickwinkel) (M. 20 μm).

Abbildung 4-11c und d zeigen REM-Aufnahmen von Platin-Drahtarrays mit kreisförmiger Grundfläche und einem Soll-Durchmesser von 50 μm für die Kreise. Der Durchmesser des Loches ist mit 56 μm nahe dem Sollwert und auch die Kreisform ist annähernd erhalten. Das führt zu der gewünschten Arraygrundflächenform: Die kreisförmige Grundflächenform des Arrays ist mit 51 μm etwas kleiner als die Lochgröße.

Beurteilung der Ergebnisse

Wie die Bilder dieses Unterkapitels gezeigt haben, ist es prinzipiell möglich, komplex geformte Löcher (z. B. Buchstaben) mit Ecken und Kanten mittels der lithographisch hergestellten Nickelmaske herzustellen, um daraus komplexe Drahtarrays zu erzeugen. Das Verfahren hat gezeigt, dass größere Strukturen ab 30 μm ohne Probleme herstellbar sind und die Ecken und Kanten in einer ausreichenden Auflösung ausgebildet sind. Aus diesem Grund sind die Nickelmasken zu empfehlen, wenn eckige, größere Strukturen gewünscht werden. Kritisch sind die kleineren Strukturen mit einer Abmessung von kleiner als 30 μm , wie z. B. der Schriftzug „Materialanalytik“ (siehe Abbildung 4-3b).

Die Laser-Bohrtechnik für Stahlmasken ist für eckige Strukturen ungeeignet, da der Laserstrahl eine kreisförmige Ausdehnung mit einem Durchmesser von 25 μm hat. Dadurch können nur abgerundete Ecken erzeugt werden, die mindestens 25 μm groß sind. Zudem kommt es beim Laser-Bohren zu einem nicht gleichmäßigen Abtrag des Maskenmaterials, wodurch wellenförmige Kanten entstehen, die typisch für eine Laser-Bohrung sind und dadurch von der gewünschten geradlinigen Form abweichen. Für kreisförmige Arraygrundflächen sind die Laser-gebohrten Masken nur für größere Dimensionen (ab 125 μm) zu empfehlen, da nur bei diesen eine nahezu ideale Kreisform erzielt werden kann. Bei kleineren Strukturen sind partiell bestimmte Bereiche nicht gebohrt. Es kommt zum Teil zu großen Abweichungen zwischen den Soll- und Istwerten der Lochformen und -größen. Es entsteht nur ein geringer Anteil an verwertbaren Arrays; der Anteil steigt bei größeren, kreisförmigen Strukturen. Anzumerken ist an dieser Stelle die fehlerbehaftete Ausmessung der Löcher und Arrays, als Folge von der nicht klar identifizierbaren Größe einiger Arrays, zumal das abgebildete Array nicht unbedingt im gleichen Loch entstand, das zur Ausmessung herangezogen wurde. Bei Betrachtung der Übersichtsbilder, sowohl der Arrays als auch der Maskenoberfläche, werden weitere Unregelmäßigkeiten deutlich. Eine weitere Ursache für die Abweichungen vom Sollwert beim Laser-Bohren könnte sein, dass durch die Montage die Maske bei der Bestrahlung nicht eben aufliegt, so dass die gewünschte Arraygrundfläche größer bzw. kleiner wird. Auch könnten Dickenschwankungen im Maskenmaterial zur ungleichmäßigen Bestrahlung führen. Unbekannt ist, ob die Maske im Laufe der Strahlzeiten durch Materialabtrag degradiert und somit transparent für die Ionenstrahlen wird. Außerdem können bei schlechter Laser-Bohrung keine Arrays mit den gewünschten Grundflächenformen und -größen entstehen. An den oben gezeigten Bildern wurden die Maße des Loches und der Arrays bestimmt und die Qualität der Formen diskutiert. In Tabelle 4-1 sind die Ergebnisse dieser Überprüfung übersichtlich zusammengefasst.

Tabelle 4-1: Übersicht über die Geometrie der Löcher und Arrays, die mittels Laser-gebohrter Stahllochmaske erzeugt wurden. Angegeben sind jeweils die Soll- und Istwerte, die aus den in diesem Kapitel dargestellten REM-Bildern bestimmt wurden.

Geometrie - Symbol	Form <u>Loch</u> (Soll)	Kantenlänge/ Durchmesser <u>Loch</u> Ist (Soll) in μm	Form Grundfläche <u>Array</u> (Soll)	Kantenlänge/ Durchmesser <u>Array</u> Ist (Soll) in μm
Δ	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (dreieckig)	50 (87)	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (dreieckig)	44 (87)
\square	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (quadratisch)	78 (75)	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (quadratisch)	77 (75)
\square	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten eher kreisförmig (quadratisch)	46 (50)	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten eher kreisförmig (quadratisch)	51 (50)
\square	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (quadratisch)	134 (125)	abgerundete Ecken wellenförmige Kanten (quadratisch)	127 (125)
\bigcirc	kreisförmig (kreisförmig)	249 (250)	kreisförmig (kreisförmig)	256 (250)
\bigcirc	kreisförmig (kreisförmig)	140 (125)	kreisförmig (kreisförmig)	128 (125)
\bigcirc	oval partiell nicht gebohrt (kreisförmig)	25 (25)	oval (kreisförmig)	39 (25)

Die Vierfeldlochmaske aus Kupfer ist zu empfehlen, wenn kreisförmige Strukturen mit einem Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$ hergestellt werden sollen. Diese Maske hat die höchste Übereinstimmung zwischen Lochform und -größe und Form und Größe der Arraygrundfläche.

Die Ergebnisse des Unterkapitels haben die Frage beantwortet, ob es möglich ist, Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe herzustellen. Die verwendeten Masken sind für größere eckige Strukturen ab einer Dimension von $30\ \mu\text{m}$ (Nickel-Masken) und größere kreisförmige Strukturen ab einer Dimension von $125\ \mu\text{m}$ (Laser-gebohrte Masken) geeignet. Für die Synthese von kleineren, kreisförmigen Strukturen mit einem Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$ liefert die Vierfeldlochmaske aus Kupfer die am besten reproduzierbaren Ergebnisse mit hoher Qualität,

da eine nahezu ideale Übereinstimmung von Soll- und Istwerten der Form und Größe der Arraygrundfläche gegeben ist.

4.2.2. Auswahl von Platin-NDAs und -SDAs für die mechanische Charakterisierung

Für die mechanische Charakterisierung sind, wie in Unterkapitel 3.1.1 erläutert, nur Arrays relevant, die kreisförmige Grundflächen aufweisen. Basierend auf den Resultaten der Qualität der eingesetzten Lochmasken, wie im vorherigen Unterkapitel beschrieben, wurde die Vierfeldlochmaske aus Kupfer eingesetzt, um eine systematische Serie aus NDAs und vergleichbaren SDAs zu erstellen. Die Arrays, die für die mechanische Charakterisierung herangezogen wurde, sind im folgenden Unterkapitel dargestellt. Aufgeführt sind REM-Aufnahmen, in denen die Qualität der Arrays überprüft wurde. Außerdem sind tabellarisch die Ergebnisse der Ausmessungen des Draht- und Arraydurchmessers, der Hochrechnung der Drahtanzahl, die gegebene Drahtlänge, die Kriterien nach der in Unterkapitel 3.4.1 beschriebenen Beurteilung der Qualität und die Grundflächengröße aufgeführt. Das Ziel ist es, NDAs herzustellen und diese mit SDAs in gleicher Gestalt und variierender Größe zu vergleichen. Zwei oder mehrere Arrays mit der gleichen Gestalt (Anzahl der parallelen Drähte, geometrische Form der Arraygrundfläche) und Größe (Drahtdurchmesser, Drahtlänge, Größe der Arraygrundfläche) werden im Folgenden als „Konfiguration“ bezeichnet.

Platin-NDA-Konfiguration: Pt-A

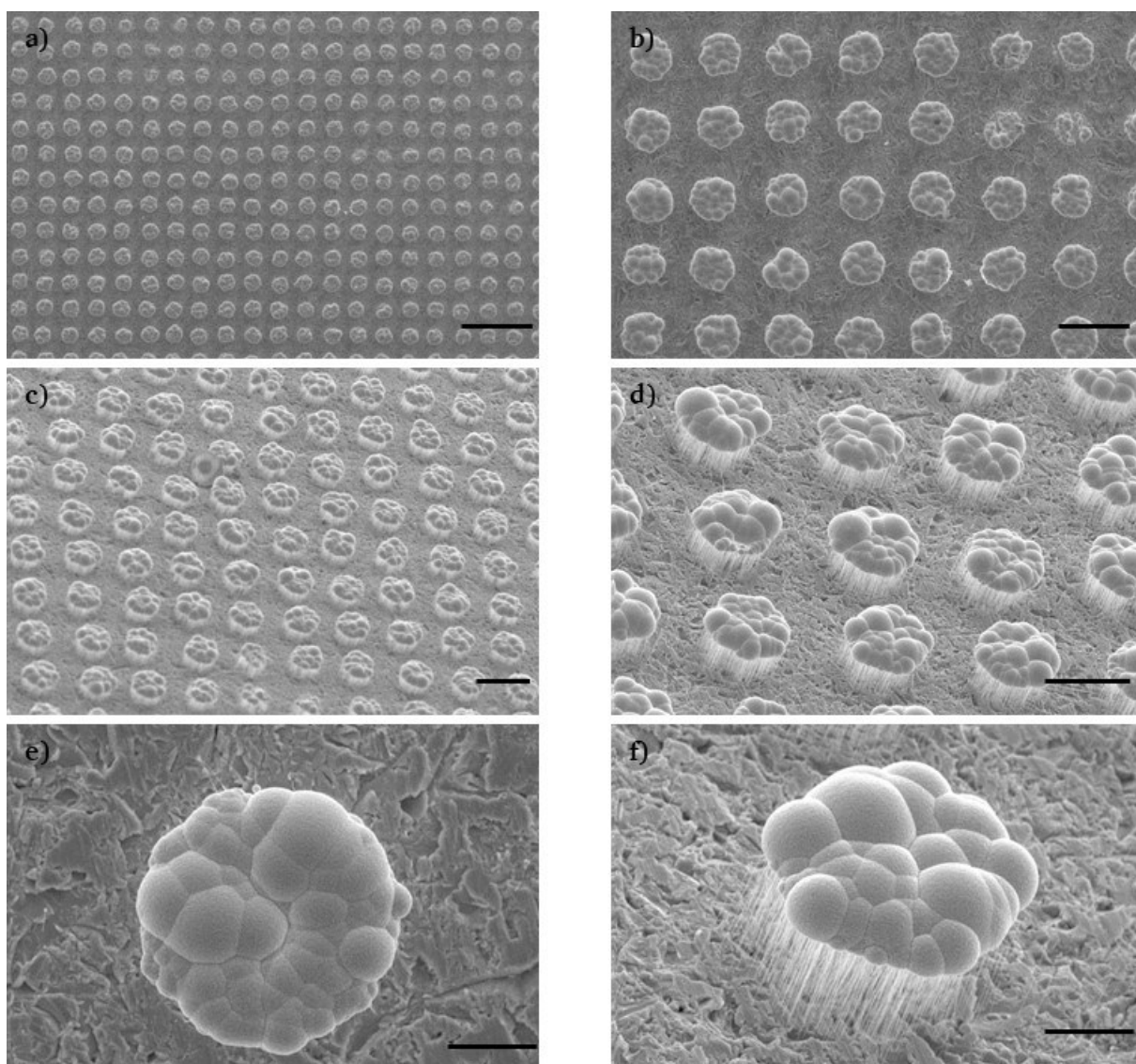


Abbildung 4-12: **Pt-A**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht im 45°-Winkel (M. 50 µm), e) Detailansicht eines einzelnen Arrays (M. 20 µm), f) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-2: Eigenschaften eines Platin-NDAs aus Konfiguration **Pt-A**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
76 (100)	250 (10^7 cm^{-2})	30 (30)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	56 (50)

Bei der Betrachtung der Übersichtsaufnahmen zeigt sich, dass die optimierten Abscheideparameter für diese Arraykonfiguration zur simultanen Abscheidung von mehr als

200 Arrays führt. In den Detailaufnahmen ist zu sehen, dass das Kappenwachstum nicht gleichmäßig ausgeprägt ist, aber eine zufriedenstellende Kreisstruktur mit einem annähernden Soll-Kreisdurchmesser vorhanden ist. Aus dem Detailbild des einzelnen Arrays kann geschlossen werden, dass die meisten Drähte auch in der Soll-Länge ausgeprägt sind. Die zu sehenden Drähte sind parallel zueinander, gerade und sauber, ohne nennenswerte Polymerrückstände. Vereinzelt sind Abweichungen der Kreisstruktur erkennbar und ein Array hat seine Kappe verloren. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein NDA.

Platin-SDA-Konfiguration: Pt-B

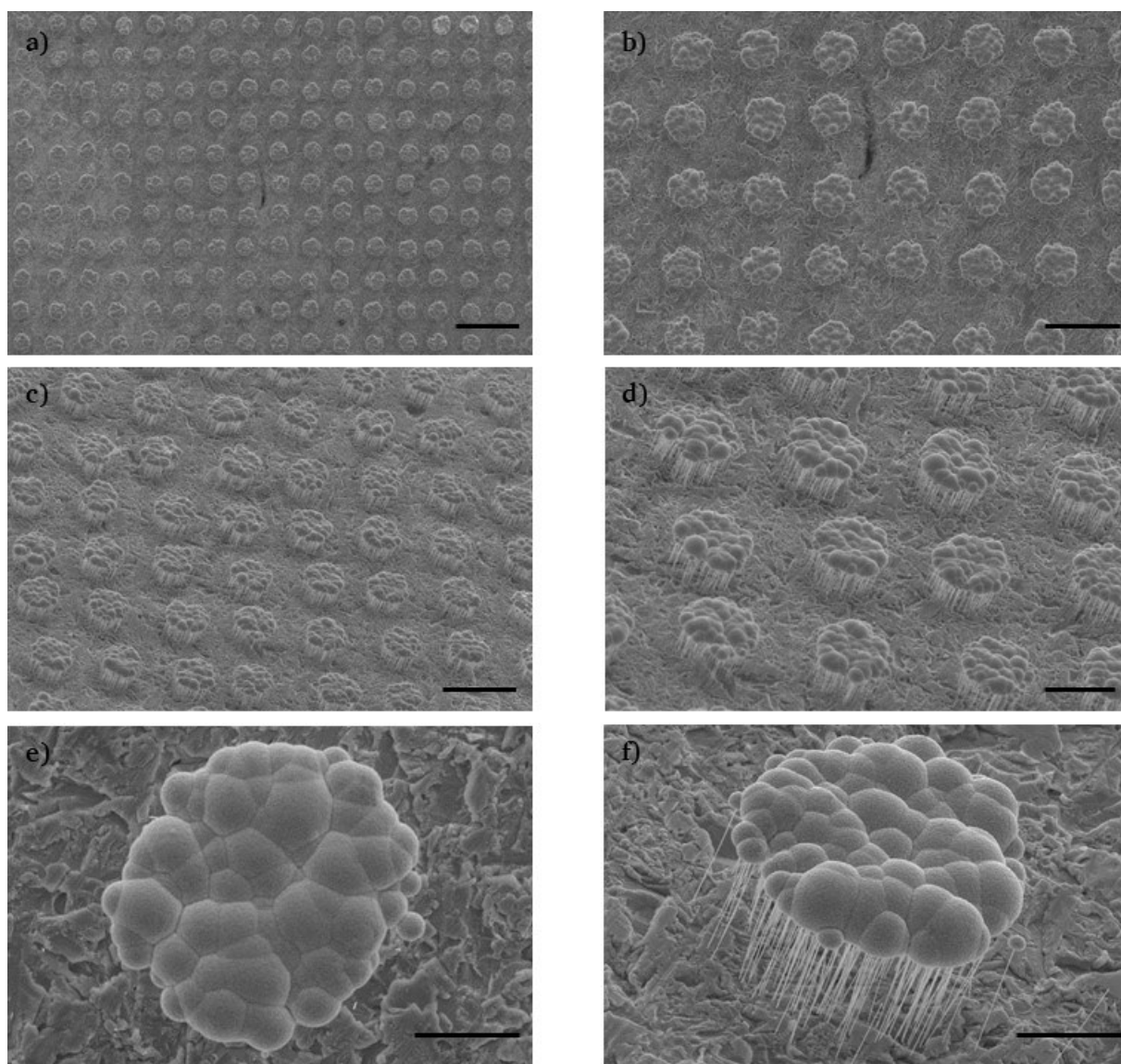


Abbildung 4-13: **Pt-B**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 200 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht im 45°-Winkel (M. 50 µm), e) Detailansicht eines einzelnen Arrays (M. 20 µm), f) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-3: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration **Pt-B**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
210 (200)	210 (10^7 cm^{-2})	30 (30)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	52 (50)

Für die Platin-Drahtarraykonfiguration Pt-B existieren mehr als 200 Arrays, die intakt sind und parallele Drähte aufweisen. Die Drahtdurchmesser liegen bei durchschnittlich ungefähr 210 nm

und die Hochrechnung ergibt eine Anzahl von knapp 210 Drähten unterhalb der Kappe pro Array. Die Form der Arraygrundfläche ist bei den meisten Arrays kreisförmig. Die Kappen sind nicht gleichmäßig ausgeprägt. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um SDA.

Platin-NDA-Konfiguration: Pt-C

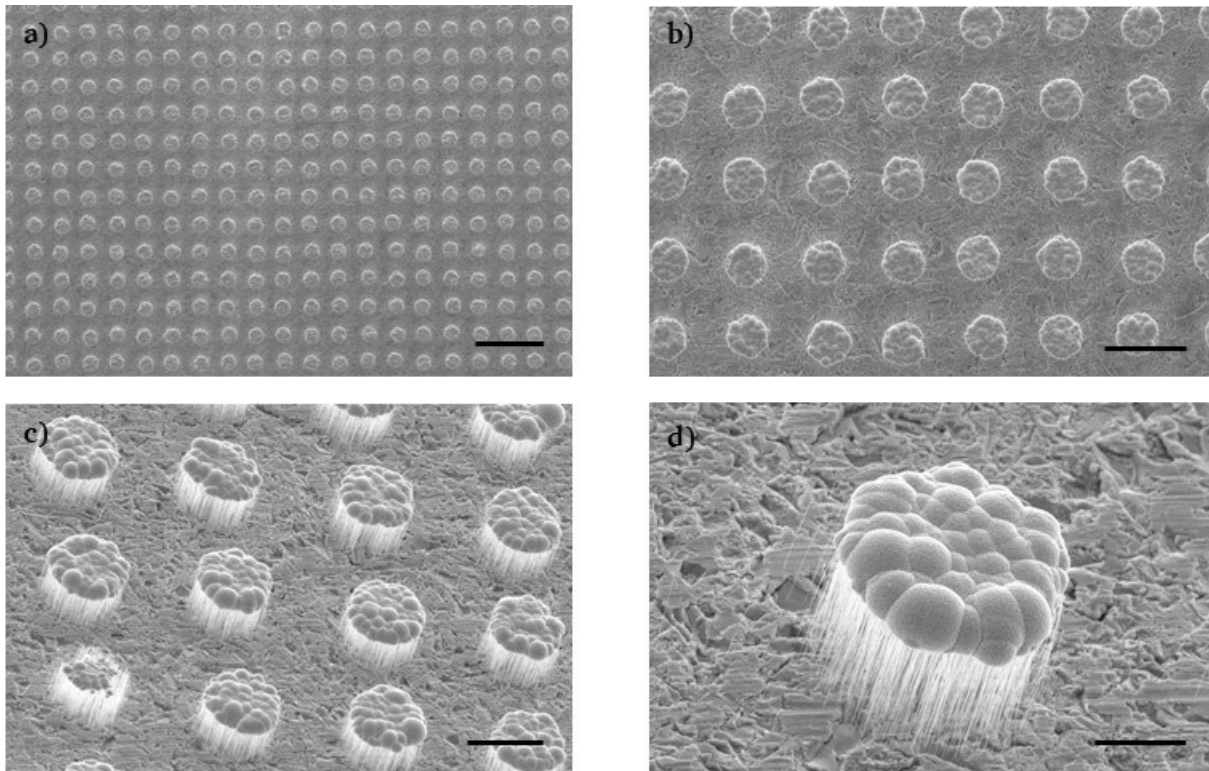


Abbildung 4-14: **Pt-C**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-4: Eigenschaften eines Platin-NDAs aus Konfiguration **Pt-C**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
92 (100)	2380 (10^8 cm^{-2})	30 (30)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	55 (50)

Die Arraykonfiguration Pt-C liefert die zuverlässigsten Ergebnisse sowohl in Bezug auf die Formtreue der kreisförmigen Arraygrundfläche als auch auf die gleichmäßige Ausbildung der Kappen, unter denen sich theoretisch eine Anzahl von 2380 Drähten befindet. Mehr als 200 Arrays sind intakt und weisen parallele Drähte auf, die stabil mit der Kappe verbunden sind. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein NDA.

Platin-SDA-Konfiguration: Pt-D

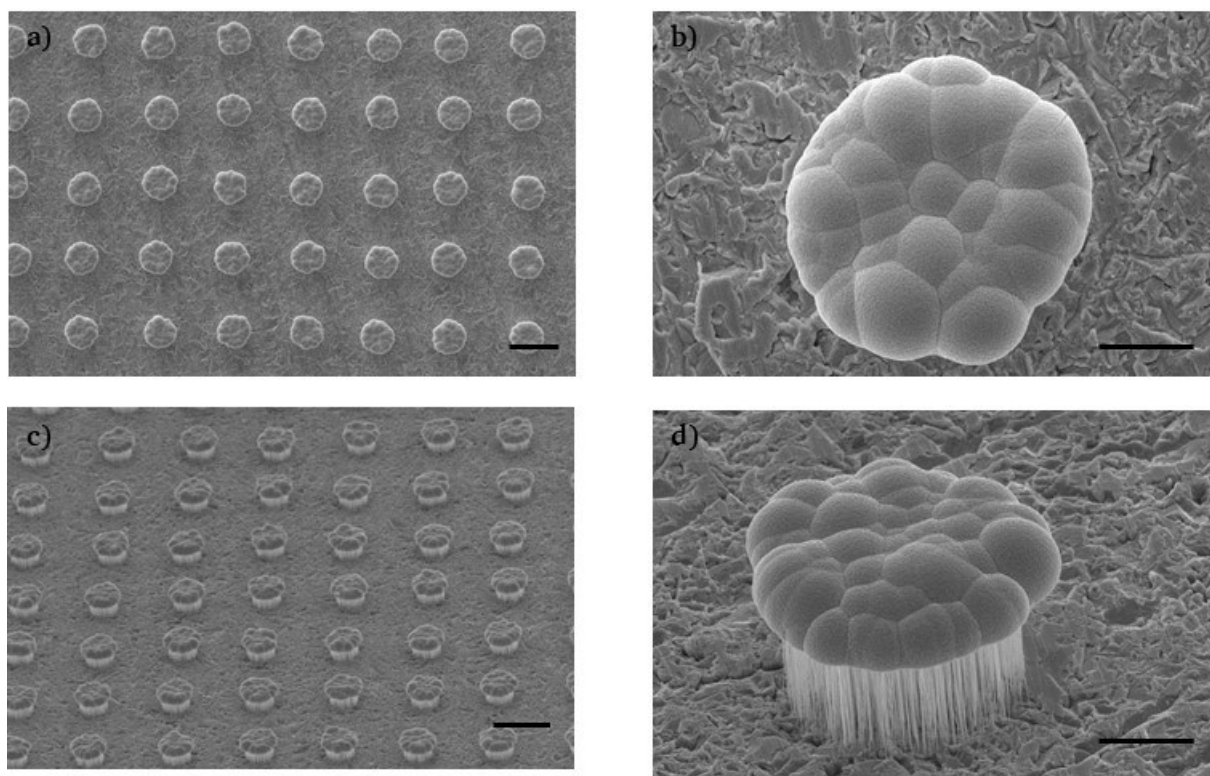


Abbildung 4-15: **Pt-D**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 µm), b) Draufsicht im Detail eines einzelnen Arrays (M. 20 µm), c) Übersicht im 50°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 50°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-5: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration **Pt-D**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
142 (200)	2040 (10^8 cm^{-2})	30 (30)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	51 (50)

Auch von der Platin-Drahtarraykonfiguration Pt-D konnten mindestens 35 intakte Arrays aus parallelen Drähten, die im Außenbereich nicht zusammenklebten, hergestellt werden. Das gleichmäßige Kappenwachstum ist auch bei dieser Konfiguration wie bei Pt-C gleichmäßig ausgeprägt, wobei die Kappen minimal überstehen. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein SDA.

Platin-SDA-Konfiguration: Pt-E

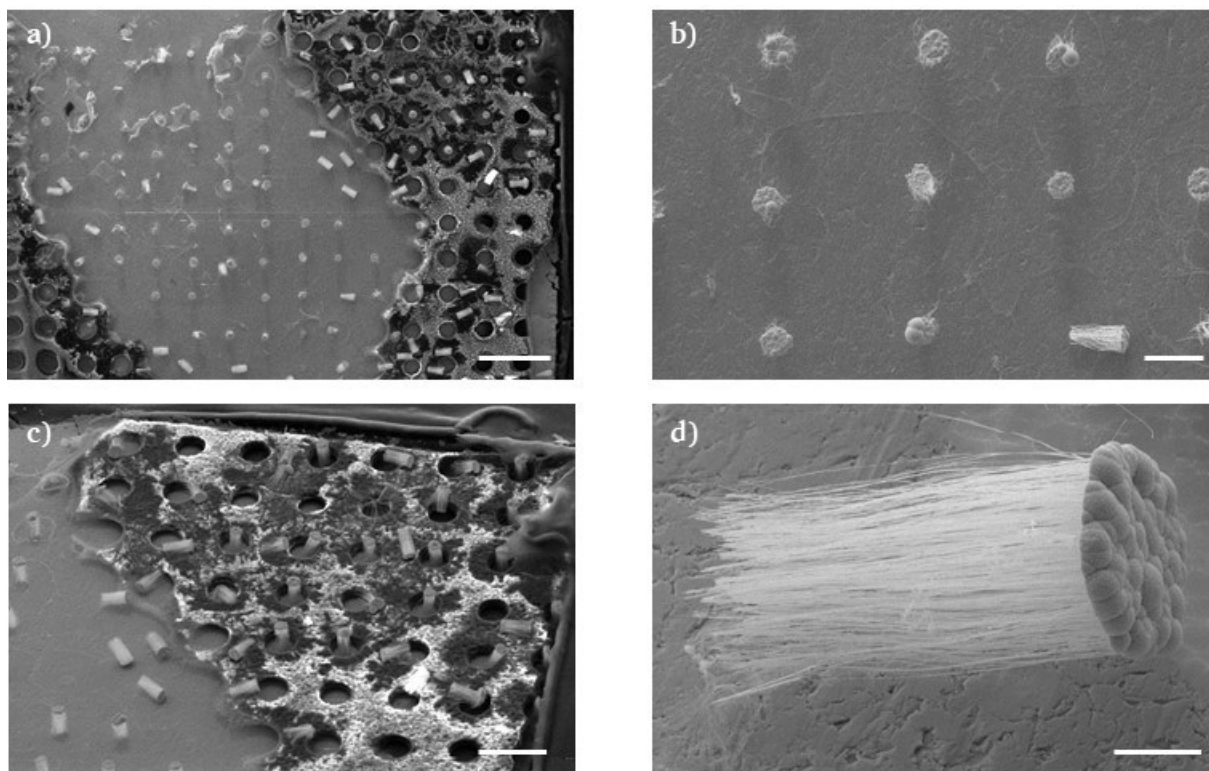


Abbildung 4-16: **Pt-E**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 500 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 250 µm), d) Detailansicht eines abgebrochenen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-6: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration **Pt-E**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
197 (200)	1590 (10^8 cm^{-2})	100 (100)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	45 (50)

Nur sehr wenige Arrays sind nach der Freilegung intakt. Einige sind abgebrochen, d. h. sie sind in ihrer Verankerung nicht stabil. Die Drähte scheinen sich leicht zu biegen und sind nicht mehr parallel zueinander angeordnet. Die Drahtanzahl wurde auf 1590 Drähten berechnet. Das Polycarbonattemplat ist teilweise nicht vollständig entfernt. Die Kappen sind relativ gleichmäßig ausgebildet. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein SDA.

Platin-SDA-Konfiguration: Pt-F

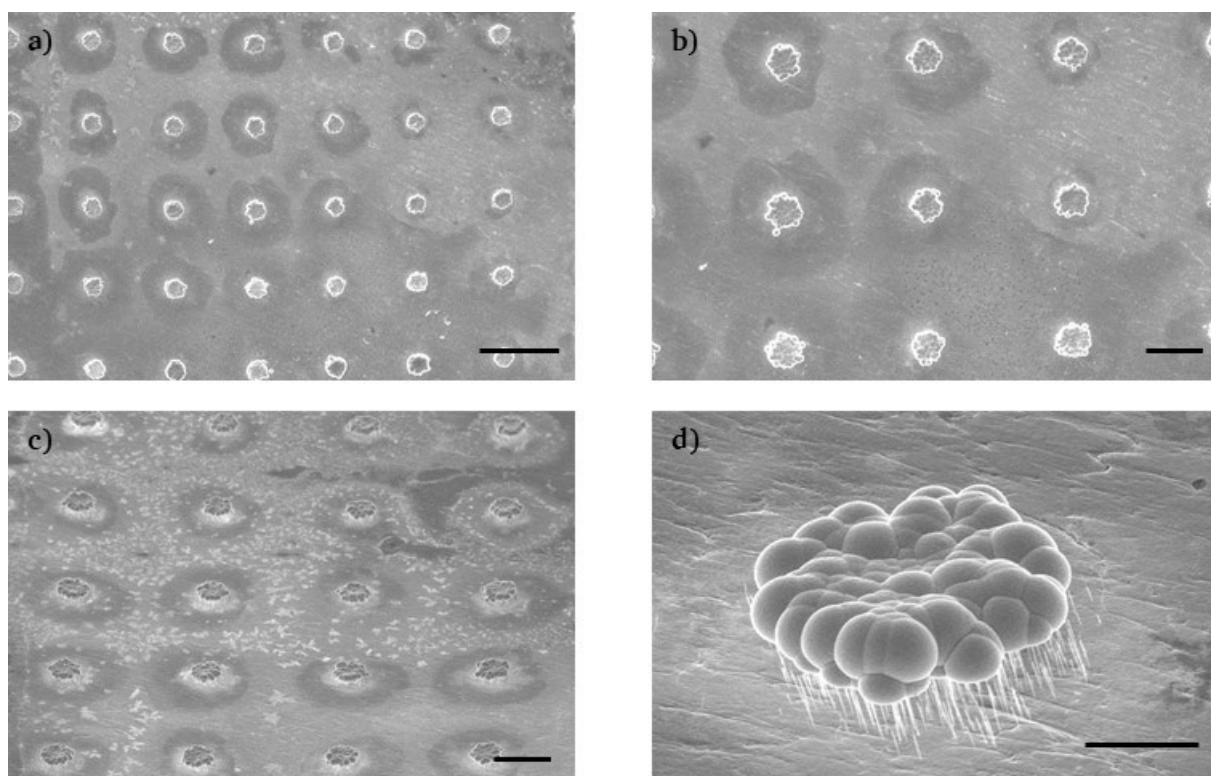


Abbildung 4-17: **Pt-F**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-7: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration **Pt-F**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm
181 (200)	2210 (10^8 cm^{-2})	10 (10)	annähernd kreisförmig (kreisförmig)	53 (50)

Mehr als 25 intakte Arrays konnten simultan hergestellt werden. Die Kreisform ist nicht vollständig gegeben und im Detailbild ist auch zu erkennen, dass nicht alle Drähte vollständig gewachsen sind. Somit entspricht die Hochrechnung von 2210 Drähten unterhalb der Kappe nicht dem wahren Wert der vom Boden bis zur Kappe reichenden Drahtanzahl. Bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein SDA.

Beurteilung der Ergebnisse

Die oben gezeigten Ergebnisse decken einige Fakten auf: Es ist bemerkenswert, dass Arrays aus sehr dünnen ND mit einem Durchmesser von nur 75 nm tatsächlich nach der Freilegung stabil bleiben und für eine mechanische Untersuchung herangezogen werden können. Es konnten

eine ausreichende Anzahl von Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe simultan in ausgewählten Konfigurationen hergestellt werden. Die gewünschte Gestalt und Größe blieben auch nach der Freilegung weitestgehend erhalten. Damit sind die Anforderungen an die Qualität nach Unterkapitel 3.4.1 gegeben. Weniger Drähte, die mit der Kappe verbunden sind, lassen die Kappe instabil werden und bereits bei geringen Erschütterungen, z. B. beim Transfer von der Plasmaanlage ins REM, brechen die Kappen teilweise ab. Die Unbestimmtheit der Drahtanzahl stellt ein weiteres Problem dar. Das Auszählen aller Drähte ist nicht möglich, da hierfür das Array zerstört werden müsste, um ins „Innere“ zu schauen. Entsprechend ist die jeweils angegebene Drahtanzahl eine Hochrechnung bezogen auf die gemessene Arraygrundflächengröße. Eine weitere Unbestimmtheit ist die Drahtlänge, die ebenfalls für die Mehrzahl an Drähten im Inneren des Arrays nur eine Schätzung darstellt, da nur an den äußeren Drähten die Länge überprüft werden kann. Somit ist unklar, ob tatsächlich alle Drähte mit der Kappe gleichmäßig verbunden sind. Die optimierten Abscheidebedingungen nach Tabelle 3-2 und Tabelle 3-4 sind für alle Konfigurationen geeignet. Für die Konfiguration Pt-C mit einem Drahtdurchmesser von 142 nm und einer theoretischen Drahtanzahl von 2040 Drähten waren die Abscheidebedingungen optimal, so dass sehr viele, sehr gleichmäßig gewachsene Arrays erzielt wurden. Die Arraykonfiguration Pt-E ist mit 100 µm Drahtlänge die längste ihrer Art, die mit den vorrätigen Polymerfoliendicken und der Ionenstrahlart bei der Ionenbestrahlung aufgrund der Reichweite der Ionen im Templat hergestellt werden kann. Wegen der langen Drahtlänge sind diese Arrays jedoch nicht besonders stabil. Auch scheinen die Parameter des Trockenätzverfahrens für die 100 µm dicken Polycarbonatfolie nicht geeignet zu sein, um das Polycarbonat vollständig zu entfernen, da hier im Vergleich zu den 30 µm Drahtarrays mehr Polymer abgetragen werden muss. Die Arraykonfiguration Pt-F besitzt mit 10 µm Drahtlänge die kürzeste Länge, die aufgrund der Foliendicke im vorgestellten Verfahren (siehe Unterkapitel 3.1.1) hergestellt wird. Die meisten Kappen aller Arrays sind relativ gleichmäßig ausgeprägt, jedoch besitzt keine die gewünschte ideale Halbkugelform, die wichtig für eine gleichmäßige Krafteinleitung bei der mechanischen Charakterisierung wäre.

Die REM-Aufnahmen zeigen, dass es gelingt, gleichmäßig abgeschiedene Arrays mit kreisförmiger Grundfläche aus ND und SD herzustellen, an denen das mechanische Verhalten untersucht werden kann.

4.3. Zusammenfassung: Synthese von Platin-Drahtarrays (Ziel 1)

Das erste Ziel: Die „Synthese und Optimierung von Platin-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe“ wurde erreicht:

(a) Die Platin-NDAs aus [5] konnten reproduziert werden und durch eine Anpassung der Herstellungsbedingungen optimiert werden (siehe Unterkapitel 4.1.1), so dass die definierten Qualitätsmerkmale nach Unterkapitel 3.4.1 erfüllt wurden: (i) Es konnte eine ausreichende Anzahl von gleichmäßig gewachsenen Arrays simultan hergestellt werden. (ii) Die gewünschte Gestalt (Anzahl paralleler Drähte, geometrische Form der Arraygrundfläche) und Größe (Drahtdurchmesser, Drahtlänge und Größe der Arraygrundfläche) konnte durch ein Trockenätzverfahren mittels Sauerstoffradikalen nach der Freilegung weitestgehend erhalten werden (siehe Unterkapitel 4.1.2).

(b) Durch die Verwendung von Lochmasken mit unterschiedlichen Lochgeometrien und der Variation der Bestrahlungsflächendichte, der Ätzzeit bei der Kanalaufweitung und der Templatdicke konnten Arrays in unterschiedlicher Gestalt und Größe vom Nanometer- bis in den Submikrometerbereich hergestellt werden (siehe Unterkapitel 4.2.1 und Unterkapitel 4.2.2).

(c) Die Beurteilung der REM-Aufnahmen in Bezug auf die definierten Qualitätsmerkmale lieferte eine Entscheidung über die Auswahl an Arrays, welche für die mechanische Charakterisierung herangezogen werden sollte: Es wurden Arrays mit gleicher, kreisförmiger Grundfläche mit einem Durchmesser von 50 µm ausgewählt, die sich im Drahtdurchmesser, in der Drahtanzahl und der Drahtlänge unterschieden (siehe Unterkapitel 4.2.2).

4.4. Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe

Im vorigen Unterkapitel 4.2 wurde die Herstellung von Platin-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe beschrieben. Nun ist die Frage zu klären, ob auch Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe hergestellt werden können, die den in Unterkapitel 3.4.1 definierten Qualitätsmerkmalen entsprechen.

4.4.1. Auswahl von Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs für die mechanische Charakterisierung

Die Darstellung der Ergebnisse folgt analog zur Beschreibung in der Einleitung des Unterkapitels 4.2.2. Die einzigen Unterschiede sind, dass bei Nickel-Eisen nicht die Drahtlänge variiert wurde und zusätzlich tabellarisch das Ergebnis der EDX-Analyse zur Bestimmung der Nickel- und Eisenkonzentration in der Kappe mit aufgeführt ist. Die Drahtlänge wurde nicht variiert, da beim Material Platin die Arrays mit 30 µm Länge am stabilsten waren. Die Konfigurationen NF-B und NF-D wurden im Rahmen einer Bachelorarbeit synthetisiert [200].

Nickel-Eisen-NDA-Konfiguration: NF-A

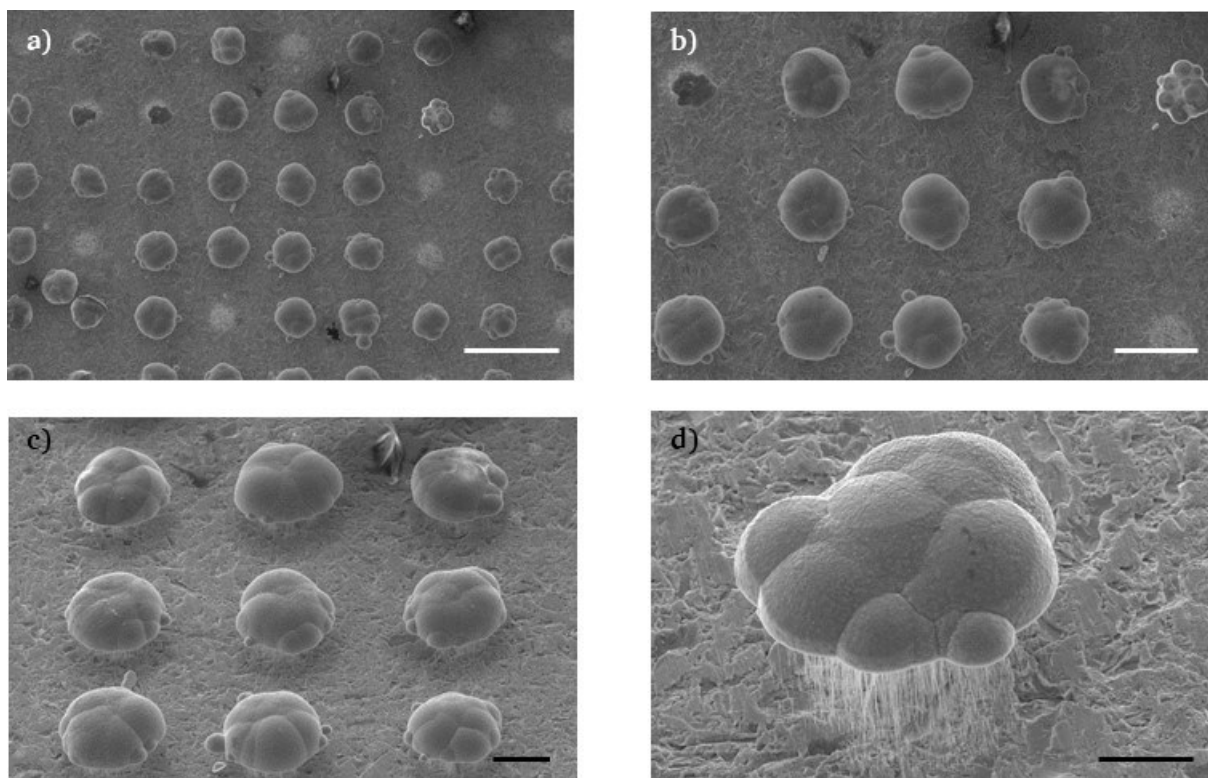


Abbildung 4-18: **NF-A**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 200 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-8: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-NDAs aus Konfiguration **NF-A**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll- Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm	Nickel in Gew.-%	Eisen in Gew.-%
75 (100)	170 (10^7 cm^{-2})	30 (30)	annähernd Kreis (Kreis)	46 (50)	90	10

Bei der Abscheidung der Konfiguration NF-A kam es nur teilweise zum gleichmäßigen Drahtwachstum. Die Drähte scheinen die Parallelität nicht vollständig einzuhalten. Die Kappen sind ebenfalls ungleichmäßig ausgeformt, aber eine ausreichende Anzahl von intakten und stabilen Arrays konnte erzielt werden. Bei diesem Array handelt es sich um ein Array aus ND. Das Nickel-Eisen-Verhältnis in der Kappe beträgt 90 zu 10 Gew.-%.

Nickel-Eisen-SDA-Konfiguration: NF-B

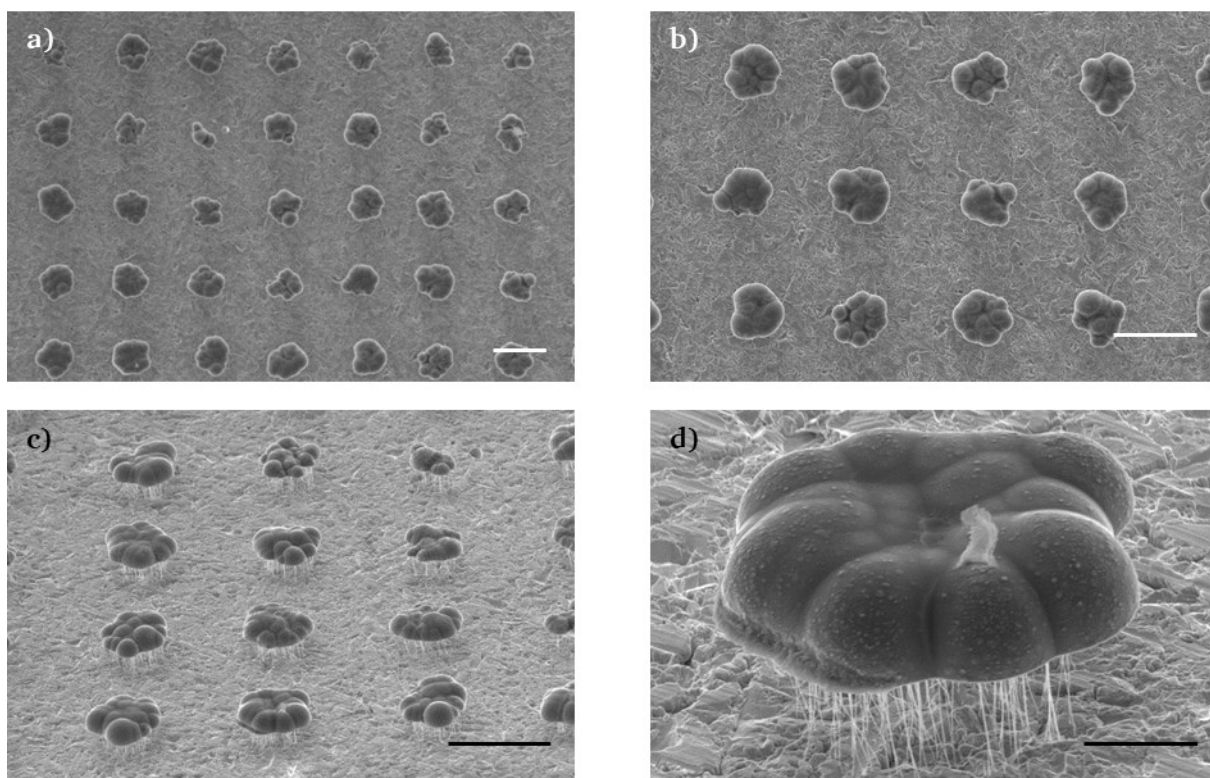


Abbildung 4-19: **NF-B**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-9: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-SDAs aus Konfiguration **NF-B**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll-Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm	Nickel in Gew.-%	Eisen in Gew.-%
162 (200)	170 (10^7 cm^{-2})	30 (30)	annähernd Kreis (Kreis)	46 (50)	87	13

Die Kappenform der Konfiguration NF-B ist nicht gleichmäßig ausgebildet, auch sind einige Arrays vorhanden, die keine Kreisstruktur aufweisen. Manche Arrays besitzen keine Kappe, trotzdem sind mindestens 35 Arrays nach der Freilegung stabil und können weiterverwendet werden. Die Kappen sind von der Ausdehnung überwiegend größer als die Arraygrundfläche. Bei dieser Konfiguration handelt es sich um ein SDA. Das Nickel-Eisen-Verhältnis in der Kappe beträgt annähernd 90 zu 10 Gew.-%.

Nickel-Eisen-NDA-Konfiguration: NF-C

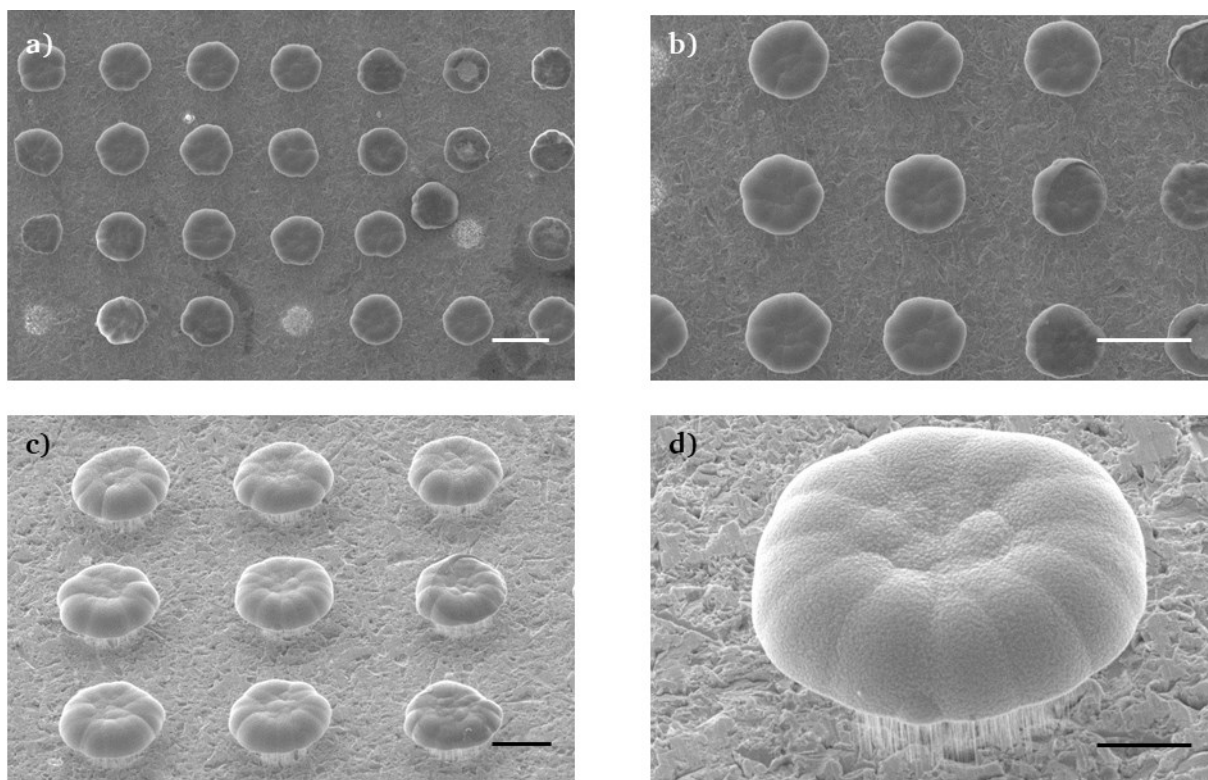


Abbildung 4-20: **NF-C**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 µm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-10: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-NDAs aus Konfiguration **NF-C**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll- Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm	Nickel in Gew.-%	Eisen in Gew.-%
77 (100)	1590 (10^8 cm^{-2})	30 (30)	annähernd Kreis (Kreis)	45 (50)	88	12

Die Arrays der Konfiguration NF-C besitzen eine annähernd halbkugelförmige Kappenform, vergleichbar mit einer Pilzform und das bei einer ausreichenden Anzahl von Arrays. Die Kappen sind über den Drahtbereich hinausgewachsen. Auch bei dieser Arraykonfiguration handelt es sich um ein NDA. Das Nickel-Eisen-Verhältnis in der Kappe beträgt annähernd 90 zu 10 Gew.-%.

Nickel-Eisen-SDA-Konfiguration: NF-D

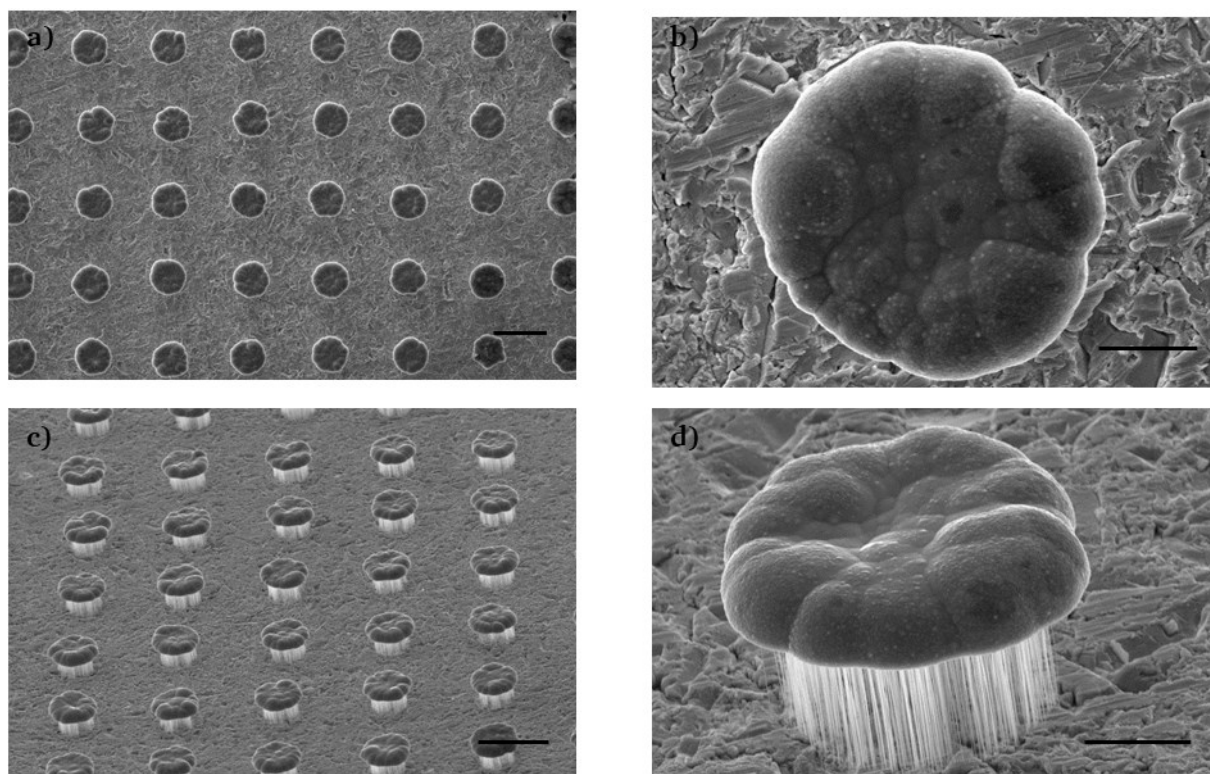


Abbildung 4-21: **NF-D**: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 µm), b) Draufsicht im Detail (M. 20 µm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 µm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 µm)

Tabelle 4-11: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-SDAs aus Konfiguration **NF-D**:

Drahtdurchmesser Ist (Soll) in nm	geschätzte Drahtanzahl (Soll- Flächendichte)	Drahtlänge gegeben (Soll) in µm	Form der Grundfläche (Soll)	Arraygröße (Soll) in µm	Nickel in Gew.-%	Eisen in Gew.-%
151 (200)	2290 (10^8 cm^{-2})	30 (30)	annähernd Kreis (Kreis)	54 (50)	89	11

Arraykonfiguration NF-D besitzt die mit Abstand höchste Ausbeute intakter Arrays in Bezug auf das Material Nickel-Eisen. Die Kappen sind bei allen Arrays gleichmäßig ausgewachsen. Die Drähte stehen parallel zueinander und weisen eine hohe Stabilität auf. Die Kappe selbst ist nur minimal über den Drahtbereich hinausgewachsen. Es handelt sich um eine SDA-Konfiguration. Das Nickel-Eisen-Verhältnis in der Kappe beträgt annähernd 90 zu 10 Gew.-%.

Beurteilung der Ergebnisse

Auch bei den Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs ist es bemerkenswert, dass vor allem die NDAs nach der Freilegung stabil vorliegen, so dass diese Arrays für eine mechanische Charakterisierung geeignet sind. Die Abscheidebedingungen nach Tabelle 3-3 Tabelle 3-4 scheinen zuverlässig für

die Zusammensetzung aller Konfigurationen zu sein. Alle Arrays besitzen ein Nickel-Eisen-Verhältnis von ca. 90 zu 10 Gew.-% in der Kappe. Die Konfigurationen NF-C und NF-D weisen die Kappen auf, die am deutlichsten die Form einer Halbkugel haben, jedoch wachsen sie teilweise leicht über die Grundfläche hinaus. Hier sollte eine gleichmäßige Krafteinleitung bei der mechanischen Charakterisierung stattfinden. Ob die Überwachsung Nachteile auf die mechanischen Eigenschaften hat, konnte im Rahmen dieser Dissertation nicht näher untersucht werden.

4.5. Zusammenfassung: Synthese von Nickel-Eisen-Drahtarrays (Ziel 2)

Das zweite Ziel, die „**Synthese und Optimierung von Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs in unterschiedlicher Gestalt und Größe**“ wurde erreicht:

Die Synthese der NDAs und SDAs konnte nach den gleichen Qualitätsmerkmalen, die für die Auswahl zur Eignung für die mechanische Charakterisierung wichtig sind, in gleicher Gestalt und Größe, wie es bei Platin der Fall war, auf ein anderes Material, nämlich Nickel-Eisen übertragen werden.

5. Ergebnisse und Diskussion – Mechanische Charakterisierung

Kapitel 5 beinhaltet die Ergebnisse und die Diskussion der mechanischen Charakterisierung der Arrays. Es wird dabei geklärt, dass es möglich ist, Kraft-Weg-Kurven an NDAs und SDAs aufzunehmen und daraus zuverlässig die Federkonstante zu ermitteln. Des Weiteren wird gezeigt, dass eine Korrelation zwischen der Gestalt und Größe der Arrays und dem Wert der Federkonstanten besteht. Zusätzlich wird gezeigt, dass eine Vorhersage des Wertes der Federkonstanten mit einem analytischen Modell möglich ist. Basierend auf den gesammelten Ergebnissen wird geklärt, welche NDAs und SDAs für die Sensoranwendung geeignet sind. In Unterkapitel 5.1 sind die Kraft-Weg-Kurven gezeigt, die das Verhalten des Kraftsensors widerspiegeln. In Unterkapitel 5.2 sind die Ergebnisse der systematischen Serie der NDAs und SDAs aus Platin dargestellt. Variiert wurde der Drahtdurchmesser bei einer hohen Drahtanzahl und bei einer niedrigen Anzahl. Außerdem wurde die Drahtlänge bei näherungsweise gleicher Drahtanzahl verändert. Für jedes Array wurde die Federkonstante bestimmt. Das Unterkapitel 5.3 vergleicht die Kraft-Weg-Kurven und die daraus resultierenden Federkonstanten der NDAs und SDAs aus Nickel-Eisen miteinander. Das Unterkapitel 5.4 beinhaltet eine Schlussfolgerung, die sich sowohl mit der Korrelation mit dem Material und der Federkonstanten, als auch mit dem Vergleich zwischen der gemessenen und der berechneten Federkonstanten inklusive der Fehlertoleranzen der Ist- und Zielwerte befasst. Außerdem wird auf den Einfluss bei Verwendung der Ionenspur-Templatmethode auf die Federkonstante eingegangen und auch technische Einflussfaktoren während der Messung am Nanokraftmessplatz werden beleuchtet. Zusätzlich wird diskutiert, ob die hergestellten Drahtarrays als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor geeignet sind. Abschließend werden in Unterkapitel 5.5 die Ergebnisse aus dem Kapitel in Anlehnung an das dritte Ziel zusammengefasst.

5.1. Kraftsensor-Verhalten

Das Verhalten des Sensors auf nicht-flexible (starre) Proben wird anhand einer repräsentativen Kraft-Weg-Kurve erläutert. Eine solche Kurve wird in regelmäßigen Abständen vor den Messungen aufgenommen.

Die Be- und Entlastungskurven bei der Messung einer starren Probe sind in Abbildung 5-1 dargestellt. Sie beschreiben das reine Verhalten des Kraftsensors, während der Untersuchung einer Probe, die einen großen Widerstand gegenüber einer Auslenkung aufweist.

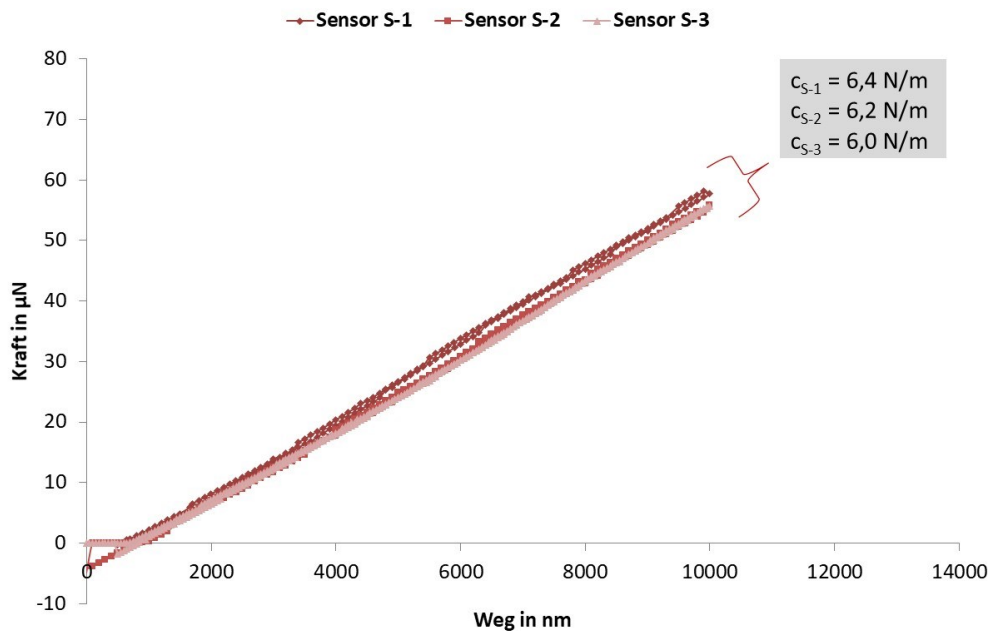


Abbildung 5-1: Kraft-Weg-Kurve des Sensors bei der Be- und Entlastung einer starren Probe. Es wurde dreimal hintereinander bis zu einem Weg von 10 µm gemessen und dabei die resultierende Kraft auf den Kraftsensor aufgezeichnet. Die angegebenen, gerundeten Werte im Diagramm entsprechen jeweils den Steigungen der drei Einzelmessungen.

Die drei Einzelmessungen zeigen einen reproduzierbaren Verlauf der Kraft-Weg-Kurven. Die Kurven sind nahezu linear mit einer Steigung von gerundet 6,0-6,4 N/m. Die Steigung wird aus der Belastungskurve ermittelt und kann als Federkonstante der untersuchten Probe betrachtet werden. Der Mittelwert dieser drei Federkonstanten wurde für die folgenden Messungen der Platin- und Nickel-Eisen-Drahtarrays regelmäßig überprüft, bestätigt und als Korrekturfaktor für die Bestimmung der Federkonstanten der Arrays in Gleichung 2-2 eingesetzt. Sowohl die Hin- als auch die Rückkurve verlaufen linear. Am Anfangspunkt wieder angekommen, kommt es zu einer Adhäsion zwischen der Messspitze und dem starren Testobjekt, was sich in einer negativen Kraft auswirkt. Die Einzelwerte der Kraft-Weg-Kurven sind im technischen Anhang TA-D zu finden.

Beurteilung der Kraft-Weg-Kurven

Das Verhalten des Kraftsensors bei der Messung einer starren Probe ist den Erwartungen zufolge linear. Bei den drei Messungen gibt es eine Messunsicherheit: Die Federkonstante schwankt in einem Bereich von $6,2 \pm 0,2$ N/m. Welchen Einfluss diese Schwankung auf die gemessenen Federkonstanten der Arrays hat, ist im technischen Anhang TA-E demonstriert. Der Einfluss bewirkt eine Änderung der Federkonstanten ab der zweiten, bei manchen Arrays sogar erst ab der dritten Nachkommastelle. Auf diesem Ergebnis basierend werden die Federkonstanten gerundet (siehe Tabelle 5-1 und Tabelle 5-5). Das lineare Verhalten zeigt, dass sich die Messspitze elastisch, analog zu einer mechanischen Feder verhält.

5.2. Platin-NDAs und -SDAs: Auswirkungen auf das mechanische Verhalten

Die nachfolgenden Unterkapitel beschreiben die Auswirkungen auf das mechanische Verhalten der Platin-Drahtarrays, in Form von sich unterscheidenden Kraft-Weg-Kurven, wenn bestimmte geometrische Eigenschaften der Arrays variiert werden. Tabelle 5-1 fasst Informationen zu den geometrischen Eigenschaften der untersuchten Arrays und der gemessenen, korrigierten Federkonstanten zusammen. Insgesamt wurden jeweils drei Arrays (-1, -2, -3) aus sechs Arraykonfigurationen (Pt-A, Pt-B, Pt-C, Pt-D, Pt-E, Pt-F) mit kreisförmiger Arraygrundfläche aus Platin ausgewählt. Für jede Messung wurde eine Kraft-Weg-Kurve aufgezeichnet und die jeweilige Be- und Entlastungskurve graphisch aufgetragen. Am linearen Teil der Belastungskurve („Hinkurve“) wurde die Steigung bestimmt, die der Federkonstanten entspricht. Die Funktionsgleichung der jeweiligen Geraden ist in der Grafik mit angegeben. Alle Einzelmesskurven inklusive der Rohdaten befinden sich im technischen Anhang TA-F. Alle Kurven sind nach Gleichung 2-2 mit dem Korrekturfaktor 6,19 N/m angepasst. Die ersten Vorversuche zur mechanischen Charakterisierung der Platin-Drahtarrays wurde im Rahmen dieser Dissertation in [201, 202] veröffentlicht.

Tabelle 5-1: Die für die mechanische Charakterisierung ausgewählten kreisförmigen Platin-NDAs und -SDAs mit den jeweiligen geometrischen Eigenschaften und der gemessenen Federkonstanten, die mit dem Faktor 6,19 N/m korrigiert wurde. Der jeweils blau markierte Wert zeigt den für die Systematik variierten Wert im Vergleich zur vorherigen Probe an.

Probe	Drähte			Arrays	
	Länge	Durchmesser	Flächendichte	Durchmesser	Federkonstante gemessen
	Soll in μm	Ist in nm	Soll in cm^{-2}	Soll in μm	Mittelwert in N/m (min-max)
Pt-A	30	76	10^7	50	0,40 (0,27-0,52)
Pt-B	30	210	10^7	50	1,4 (1,1-1,7)
Pt-C	30	92	10^8	50	0,9 (0,6-1,6)
Pt-D	30	142	10^8	50	9,6 (5,5-12,5)
Pt-E	100	197	10^8	50	0,15 (0,10-0,24)
Pt-F	10	181	10^8	50	1,8 (1,3-2,3)

5.2.1. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})

Für den ersten Vergleich wurden die Platin-Drahtarraykonfigurationen Pt-A und Pt-B herangezogen. Die Arraykonfigurationen unterscheiden sich hauptsächlich in ihrem Drahtdurchmesser. Die Drahtlänge, die theoretische Drahtflächendichte und der Durchmesser der Arraygrundfläche betragen annähernd $30 \text{ }\mu\text{m}$, 10^7 cm^{-2} und $50 \text{ }\mu\text{m}$. Die Drähte von Pt-B sind mit 210 nm mehr als 2,5-fach so dick wie die von Pt-A mit 76 nm . Das entspricht einem Flächenverhältnis von rund 7,6. Abbildung 5-2 zeigt die jeweiligen Kraft-Weg-Kurven, die den Federkonstanten aus den Mittelwerten aus den zehn Messungen entsprechen. Die Werte sind zusätzlich in Tabelle 5-2 zusammengefasst.

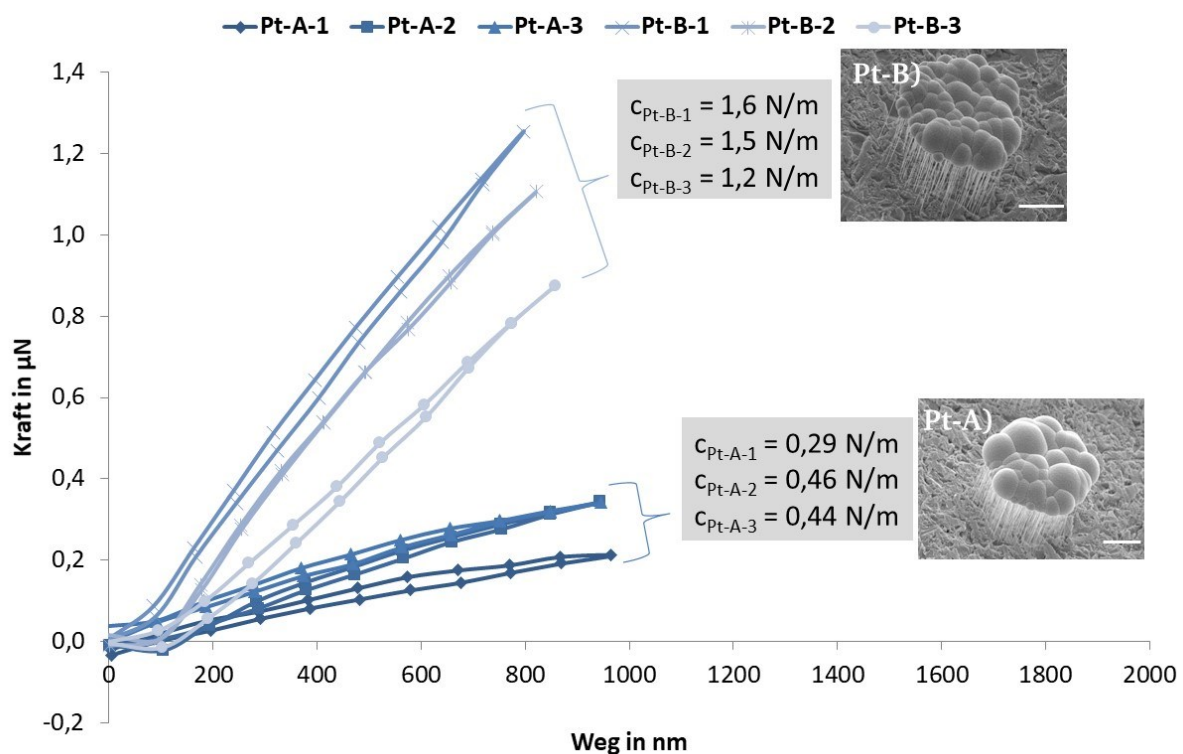


Abbildung 5-2: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-A und Pt-B. Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (Pt-A: 76 nm , Pt-B: 210 nm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch ($50 \text{ }\mu\text{m}$, 10^7 cm^{-2} und $30 \text{ }\mu\text{m}$). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils $20 \text{ }\mu\text{m}$).

Tabelle 5-2: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-A und Pt-B (Unterschied im Drahtdurchmesser: Pt-A: 76 nm, Pt-B: 210 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.

Pt-A	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-A-1	0,29	0,27	0,31	4,7
Pt-A-2	0,47	0,43	0,52	6,0
Pt-A-3	0,44	0,42	0,47	4,2
Gesamt (gerundet)	0,40	0,27	0,52	-

Pt-B	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-B-1	1,6	1,6	1,7	1,9
Pt-B-2	1,5	1,4	1,6	3,0
Pt-B-3	1,2	1,1	1,2	2,1
Gesamt (gerundet)	1,4	1,1	1,7	-

Beim Vergleich der beiden Konfigurationen fällt der deutliche Unterschied zwischen den durchschnittlichen Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen von 0,40 N/m und 1,4 N/m auf. Das ist damit zu erklären, dass die Konfiguration Pt-A aus ND besteht die einen kleineren Drahtdurchmesser aufweisen als die SD, aus denen die Konfiguration Pt-B aufgebaut ist.

Pt-A-1) Die zehn Kraft-Weg-Kurven des ersten Arrays sehen nahezu identisch aus (siehe technischer Anhang TA-F). Alle Kurven zeigen eine Hysterese, was bedeutet, dass sich die Belastungskurve von der Entlastungskurve unterscheidet. Auffällig ist, dass bei diesem Array bei manchen Messungen (z. B. bei der ersten Messung, bei einer Auslenkung von etwa 0,7 μm) die Kurve einknickt, um anschließend weiter mit einer geringeren Steigung zu steigen. Für die Bestimmung der Steigung wird nur der erste Teil der Belastungskurve herangezogen. Zudem wird eine negative Kraft gemessen, sobald das Ende der Entlastung erreicht ist, was auf eine Adhäsion zurückzuführen ist. Diese Auffälligkeiten sind in Abbildung 5-3 verdeutlicht. Die relative Standardabweichung für das erste Array beträgt 4,7 %.

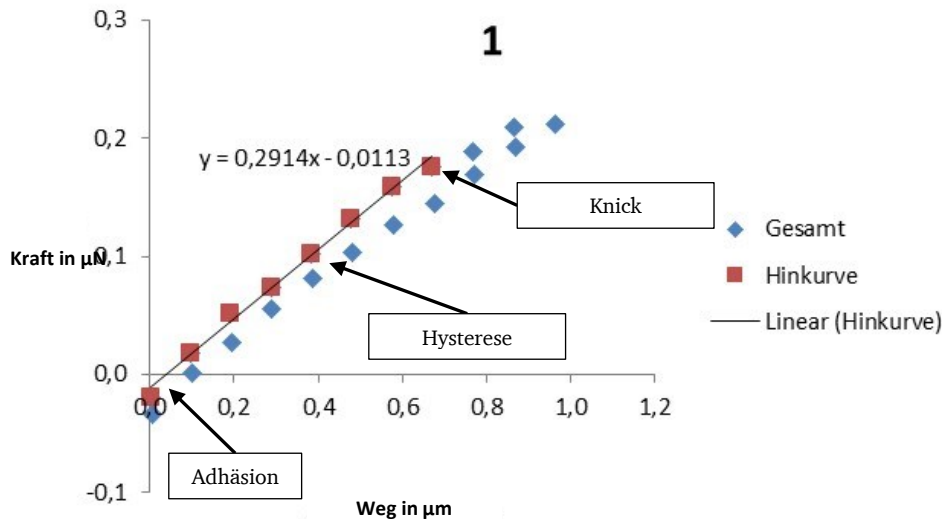


Abbildung 5-3: Einzelmessung Pt-A-1: erste von zehn Messungen.

Pt-A-2) und Pt-A-3) Bei diesen beiden Arrays treffen die gleichen Beobachtungen zu wie bei dem Array Pt-A-1. Die Kurve zeigt eine Hysterese, knickt bei manchen Messungen ein und zeigt eine negative Kraft nach der Entlastung beim Ausgangspunkt. Auffällig bei diesen beiden Arrays sind die leicht erhöhten durchschnittlichen Federkonstanten von $0,47 \text{ N/m}$ und $0,44 \text{ N/m}$ im Vergleich zum ersten Array Pt-A-1. Die relativen Standardabweichungen der zehn Messungen für die beiden Arrays betragen $6,0 \%$ und $4,2 \%$.

Pt-B-1) Bei diesem Array verhalten sich die Einzelmessungen ähnlich zueinander. Eine Hysterese ist nicht zu erkennen, stattdessen verläuft die Be- und Entlastungskurve nahezu auf gleichem Weg. Die Kurve ist linear ausgeprägt und ein Knick in der Kurve ist nicht zu beobachten. Auch ist die negative Adhäsionskraft am Ende der Entlastungskurve nur schwach ausgeprägt (siehe Abbildung 5-4). Die relative Standardabweichung für das erste Array beträgt $1,9 \%$.

Pt-B-2) und Pt-B-3) Diese beiden Arrays verhalten sich ähnlich wie das erste Array und auch untereinander sind die Kraft-Weg-Kurven ähnlich. Die Kurve verläuft linear ohne nennenswerte Hysterese und Adhäsion am Ende der Entlastung. Eine einzige Auffälligkeit ist der spätere Anstieg der Kurve bei etwa $0,1 \mu\text{m}$ (siehe Abbildung 5-5). Die relativen Standardabweichungen der zehn Messungen für die beiden Arrays betragen $3,0 \%$ und $2,1 \%$.

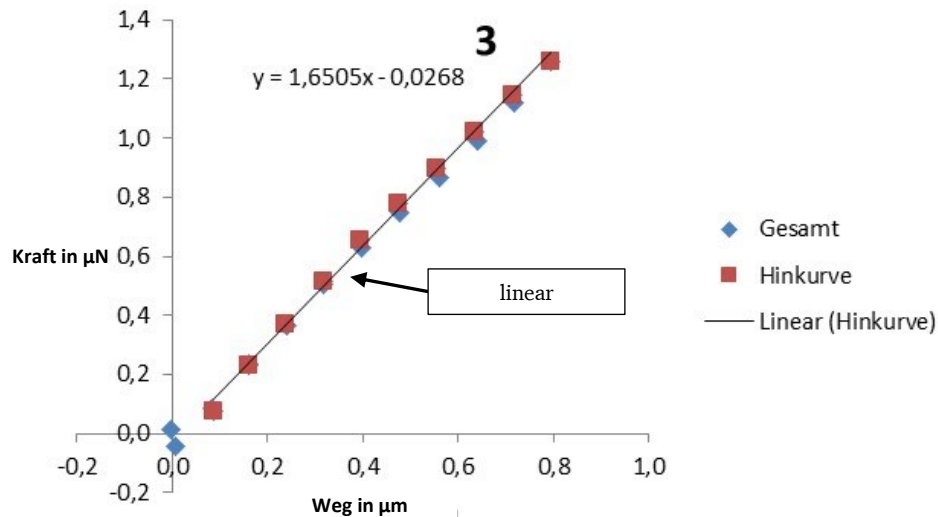


Abbildung 5-4: Einzelmessung Pt-B-1: dritte von zehn Messungen.

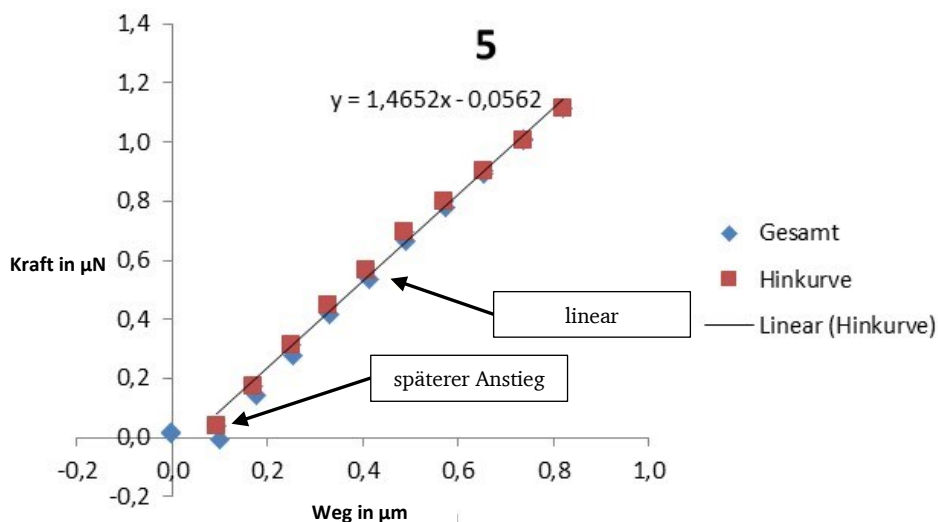


Abbildung 5-5: Einzelmessung Pt-B-2: fünfte von zehn Messungen.

Beurteilung ausgewählter Kraft-Weg-Kurven

Pt-A) Die Kraft-Weg-Kurven verlaufen bei allen drei Arrays hystereseartig. Diese Art von mechanischer Hysterese ist typisch für solch eine Messung. Bei der Biegung eines Körpers wird dieser auch immer in geringem Maße plastisch verformt und die Biegung bleibt auch nach der Entlastung enthalten [203, 204]. Dadurch wird bei dem gleichen Krafteintrag bei der Entlastung eine größere Verschiebung als bei der Belastung ermittelt. Auch spielt die Trägheit der Arrays eine Rolle, so dass bei Wegnahme der Kraft, aufgrund der kurzen Messzeit, das Array noch nicht vollständig zurückgebogen ist, dabei Kraft-Weg-Paarwerte aufgezeichnet werden, die von den realen Paaren minimal abweichen. Weiteren Einfluss auf den Verlauf der Messkurve

haben Kräfte, die z. B. durch Reibung und Kapillarwirkung an den Oberflächen entstehen [205] sowie allgemeine van-der-Waals-Anziehungskräfte, die zwischen zwei Objekten herrschen [206, 207]. Alle Kräfte bewirken, dass die Messspitze an dem zu messenden Array anhaftet.

Nachdem die Entlastung vollständig eingetreten ist, tritt bei fast allen Arrays eine negative Kraft auf. Diese negative Kraft ist auf eine Adhäsion zwischen Messspitze und Array zurückzuführen [208]. Die Federkonstante wird von der Adhäsion nicht beeinflusst, da die Steigung der Kurve nur im positiven Bereich ermittelt wird.

Eine Erklärung für das plötzliche Abknicken der Messkurven, vor allem bei Pt-A-1 liefern die REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4-12 bzw. Abbildung 5-2). Es fällt auf, dass die Kappen der meisten Arrays nicht gleichmäßig gewachsen sind. Ein Abrutschen der Messspitze an einem Auswuchs ist daher nicht unwahrscheinlich. Es kann zudem ein Verkanten der Messspitze zwischen den Auswüchsen stattfinden.

Die relativen Standardabweichungen sind alle unterhalb von 6 %, woraus geschlossen werden kann, dass sich die mechanischen Eigenschaften der Arrays im Laufe der zehn Messungen pro Array nicht nennenswert ändern und somit sich auch die geometrischen Eigenschaften der Arrays während der zehn Messungen nicht signifikant ändern.

Pt-B) Bei diesen drei Arrays ist die Hysterese weniger stark ausgeprägt. Ein Grund dafür ist vermutlich die höhere Federkonstante. Hier sind die Wechselwirkungen und auftretenden Kräfte nicht so stark, so dass der Verlauf der Kraft-Weg-Kurve annähernd linear verläuft.

Der spätere Anstieg der Kurve ist dadurch zu erklären, dass die Messspitze nicht exakt vor dem Array platziert wurde. Die Messspitze bewegt sich dadurch zunächst ohne Kontakt mit dem Array, bevor es dann bei etwa $0,1\ \mu\text{m}$ zur Krafteinleitung kam. Dies führt jedoch lediglich zu einer Verschiebung des Startpunktes der Kraft-Weg-Kurve auf der x-Achse und beeinflusst die Steigung und damit die Federkonstante der Kurve nicht. Daher können die Kurven für die Auswertung herangezogen werden.

Beim Betrachten der REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4-13 bzw. Abbildung 5-2) zeigen sich zwar auch Auswüchse auf den Kappen, jedoch sind diese im Vergleich zur Pt-A-Konfiguration weniger unregelmäßig. Hierbei kommt es vermutlich zu einer homogenen Krafteinleitung, was sich in der kleineren relativen Standardabweichung von maximal 3 % zeigt.

Einfluss des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})

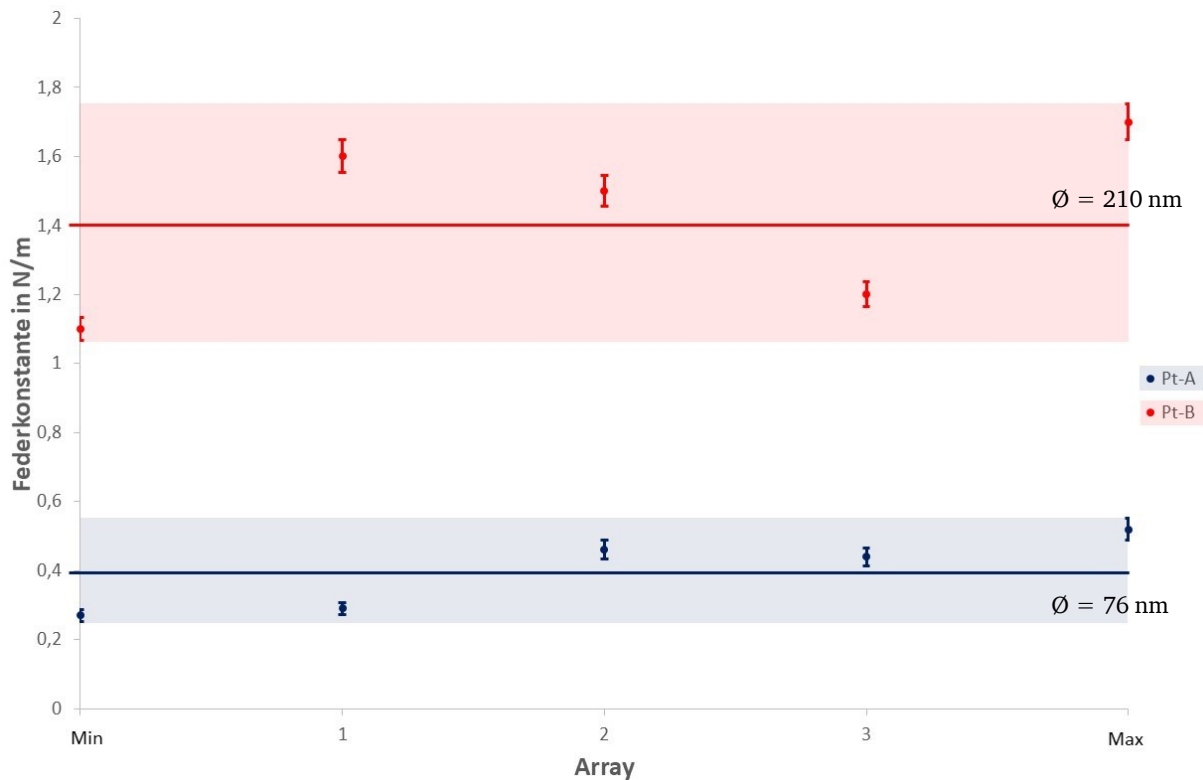


Abbildung 5-6: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-A und Pt-B. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.

Abbildung 5-6 zeigt die Gegenüberstellung der Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen Pt-A und Pt-B. Der blaue Bereich enthält die minimal und maximal gemessenen Federkonstanten aus allen vermessenen Arrays (-1, -2, -3 aus jeweils zehn Messungen) auf der y-Achse und die durchschnittlichen Federkonstanten für jedes einzelne Array (-1, -2, -3) der Konfiguration Pt-A. Die Messschranken entsprechen der höchsten ermittelten relativen Standardabweichung aus den jeweils zehn Messungen der drei Arrays. Der rote Bereich gilt analog für die Arraykonfiguration Pt-B.

Erwartet wurde, dass die Federkonstanten innerhalb der jeweiligen Konfiguration ähnlich sind. Das trifft auf das NDA Pt-A zu. Die Differenz zwischen der höchsten und der niedrigsten Federkonstanten beträgt $0,25 \text{ N/m}$. Einen größeren Bereich nimmt Pt-B ein. Die Differenz liegt bei $0,6 \text{ N/m}$. Eine Erklärung hierfür findet sich in der Gestalt und Größe der Arrays. Von außen betrachtet sehen die untersuchten Arrays gleich aus. Könnte in das Innere des Arrays geschaut werden, wären wahrscheinlich deutliche Unterschiede zu sehen. Angenommen wird, dass der Drahtdurchmesser, die Drahtanzahl, die Drahtlänge und die Größe der Arraygrundfläche für alle drei Arrays Pt-A-1, -2, -3 bzw. Pt-B-1, -2, -3 gleich sind. Wäre das der Fall, ergäbe sich nur

eine minimale Schwankung der Werte aufgrund der Messunsicherheit des Nanokraftmessplatzes. Könnte jedoch die Kappe des Arrays abgenommen werden und die Durchmesser von jedem einzelnen Draht und die exakte Anzahl der Drähte, die mit der Kappe in Verbindung stehen, ermittelt werden, so würden die Ergebnisse möglicherweise von der Annahme abweichen. Aus diesem Grund wird sich auch das mechanische Verhalten unterscheiden. Die Fehlerquellen liegen dementsprechend bei der Bestimmung des Drahtdurchmessers, der einer Verteilung unterliegt [198], der Annahme, dass alle Drähte gleich lang seien und der Hochrechnung der Drahtanzahl. Den größten Einfluss hat die Verteilung der Drahtdurchmesser, wodurch die Differenz der maximal und minimal gemessenen Federkonstanten bei Pt-B größer ist. Die Größe der Arraygrundfläche unterscheidet sich minimal von den anderen und wird deshalb als Einflussfaktor auf die Federkonstante ausgeschlossen.

Trotz der fehlerbehafteten Bestimmung der exakten geometrischen Eigenschaften der Arrays, zeigt sich eine klare Abstufung zwischen dem NDA Pt-A (durchschnittliche Federkonstante = 0,40 N/m) und dem SDA Pt-B (durchschnittliche Federkonstante = 1,4 N/m). Theoretisch betrachtet ist die Konfiguration mit den dünneren Drähten (Pt-A) flexibler als das Array mit den dickeren Drähten (Pt-B) (siehe Gleichung 2-12). Die kleinere gemessene Federkonstante von Pt-A bestätigt dies.

5.2.2. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})

Das zweite Arraypaar der Konfigurationen Pt-C und Pt-D unterscheidet sich vom ersten Arraypaar Pt-A und Pt-B in der Drahtflächendichte. Die theoretische Drahtflächendichte beträgt 10^8 cm^{-2} . Die Drähte von Pt-D sind mit 142 nm rund 1,5-fach so dick wie die von Pt-C mit 92 nm. Das entspricht einem Flächenverhältnis von rund 2,4. Beide Arrays sind mit einem Durchmesser der Arraygrundfläche von jeweils $50 \mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von jeweils $30 \mu\text{m}$ ähnlich zueinander.

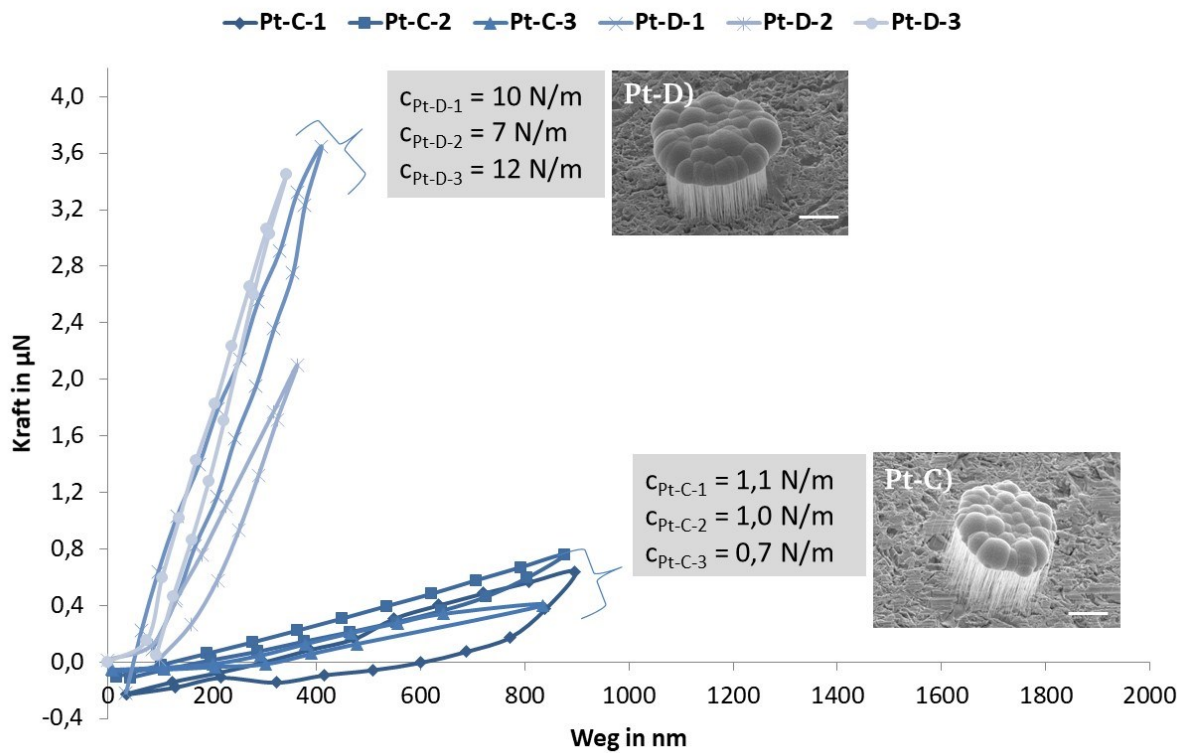


Abbildung 5-7: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-C und Pt-D. Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (Pt-C: 92 nm, Pt-D: 142 nm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10^8 cm^{-2} und 30 μm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).

Tabelle 5-3: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-C und Pt-D (Unterschied im Drahtdurchmesser: Pt-C: 92 nm, Pt-D: 142 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.

Pt-C	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-C-1	1,1	0,8	1,6	23
Pt-C-2	1,0	0,9	1,1	5,0
Pt-C-3	0,7	0,6	0,7	4,1
Gesamt (gerundet)	0,9	0,6	1,6	-

Pt-D	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-D-1	9,9	9,1	10,6	4,6
Pt-D-2	7,2	5,5	8,5	14
Pt-D-3	11,8	10,5	12,5	4,7
Gesamt (gerundet)	9,6	5,5	12,5	-

Die durchschnittliche Federkonstante der Konfiguration Pt-C ist mit 0,9 N/m um eine Größenordnung kleiner als die der Konfiguration Pt-D mit 9,6 N/m. Pt-C besteht aus ND mit einem kleineren Drahtdurchmesser als die SD, aus denen die Konfiguration Pt-D aufgebaut ist.

Pt-C-1) Bei diesem Array fällt bei der Betrachtung der Einzelmessungen auf, dass die erste Messung deutlich von der letzten Messung abweicht. Insgesamt wird hier eine stark ausgeprägte Hysterese und eine Adhäsion beobachtet und auch die Strecke, über die die Steigung bestimmt werden kann, ist undefiniert (siehe Abbildung 5-8 und Abbildung 5-9). Dieses Array hat eine sehr große relative Standardabweichung innerhalb der zehn Messungen. Sie beträgt 23 %.

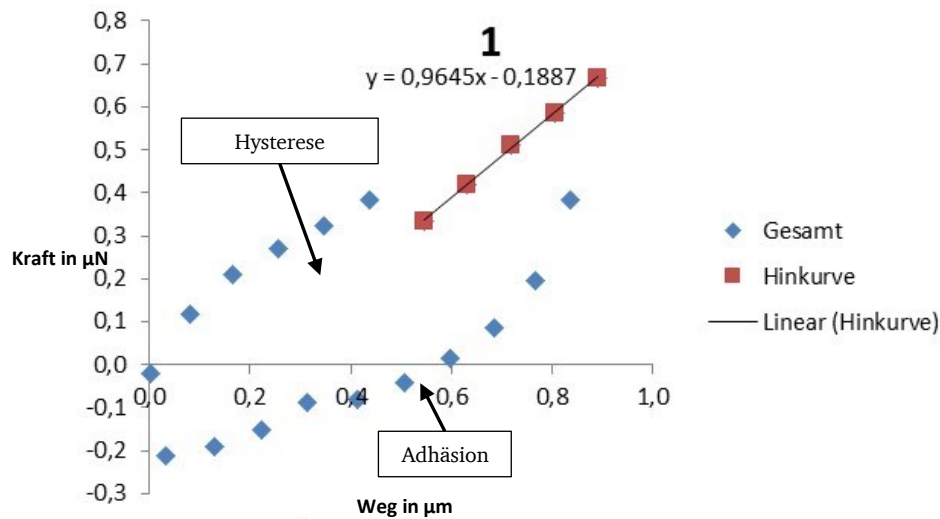


Abbildung 5-8: Einzelmessung Pt-C-1: erste von zehn Messungen.

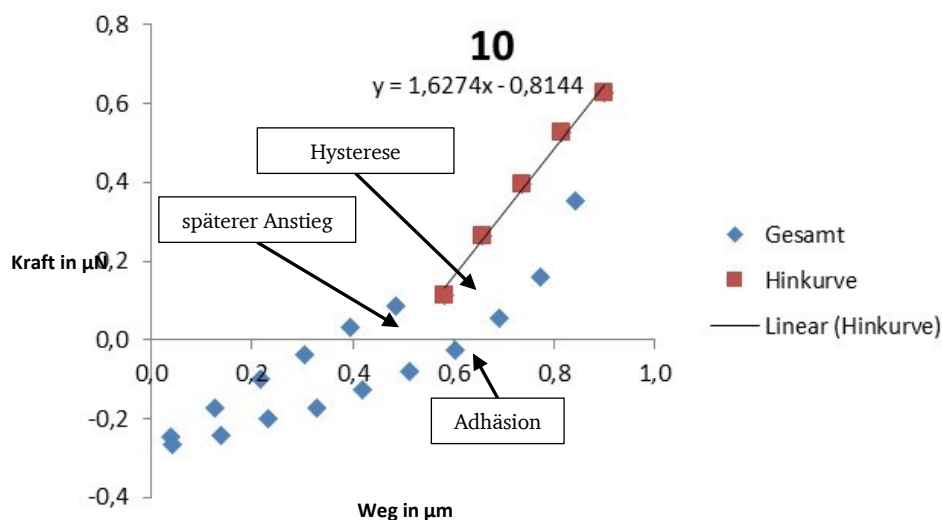


Abbildung 5-9: Einzelmessung Pt-C-1: zehnte von zehn Messungen.

Pt-C-2) und Pt-C-3) Die Kurven des zweiten und dritten analysierten Arrays dieser Konfiguration zeigen untereinander jeweils ähnliche Verläufe von der ersten bis zur zehnten Messung. Für die beiden Arrays ergeben sich relative Standardabweichungen von 5,0 % und 4,1 %. Beide Arrays zeigen eine Hysteresese und die Adhäsion am Ende der Entlastung. Bei Pt-C-3 ist ein späterer Anstieg der Kurve zu beobachten (siehe Abbildung 5-10 und Abbildung 5-11).

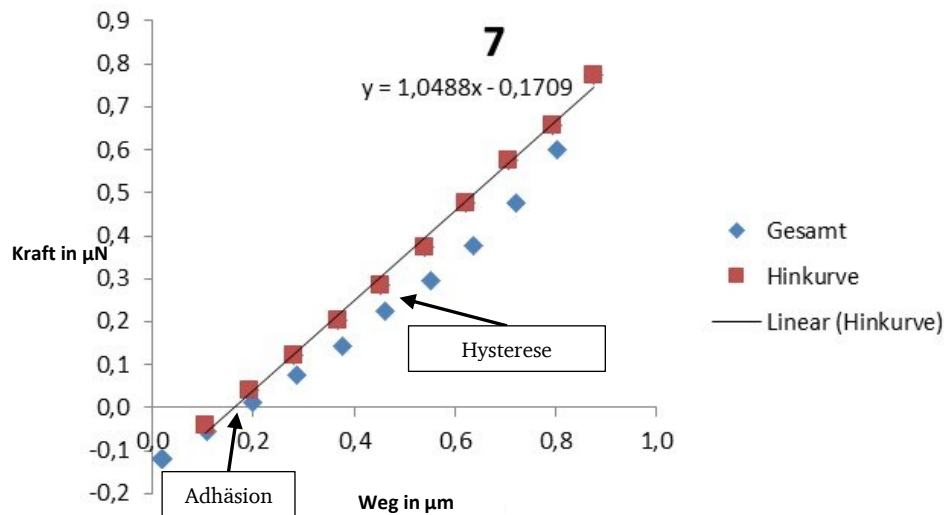


Abbildung 5-10: Einzelmessung Pt-C-2: siebte von zehn Messungen.

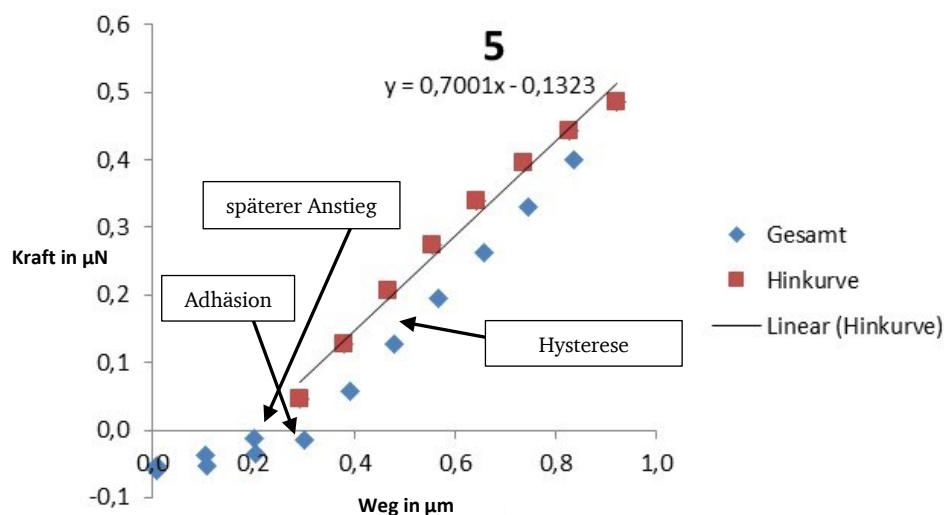


Abbildung 5-11: Einzelmessung Pt-C-3: fünfte von zehn Messungen.

Pt-D-1), Pt-D-2) und Pt-D-3) Für die drei Arrays der Konfiguration Pt-D ist bei allen Kraft-Weg-Kurven ein Anstieg mit relativ großen Steigungen der Kurven zu beobachten. Auch bei diesen Arrays ist eine Hysteresis zu beobachten. Die relativen Standardabweichungen betragen 4,6 %, 14 % und 4,7 %. Pt-D-1 zeigt eine Adhäsion nach der Entlastung. Außerdem ist ein deutlich späterer Anstieg der Kurve bei Pt-D-2 und Pt-D-3 zu beobachten.

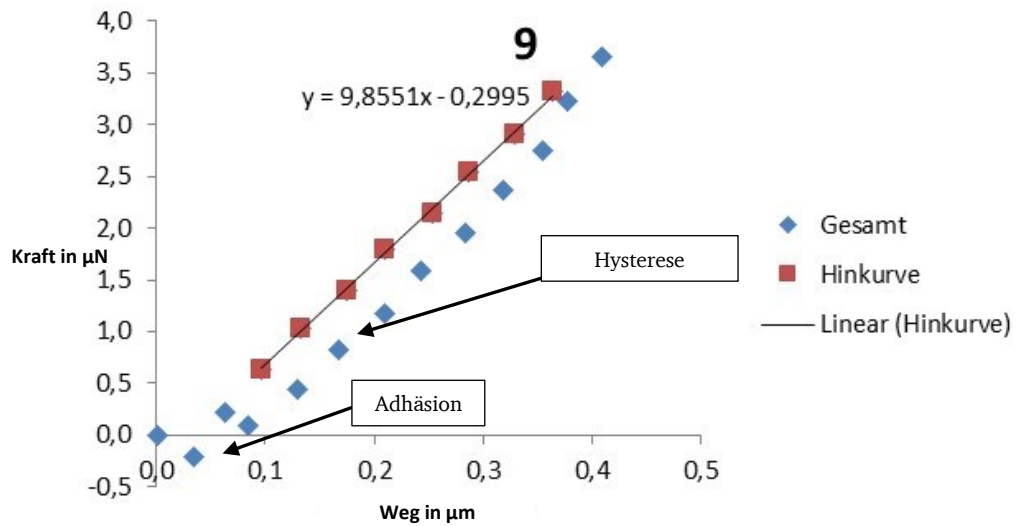


Abbildung 5-12: Einzelmessung Pt-D-1: neunte von zehn Messungen.

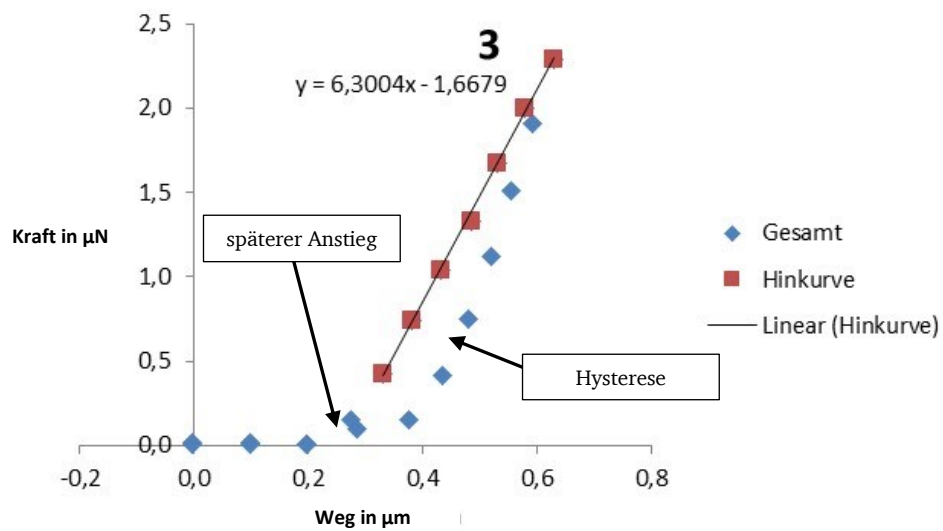


Abbildung 5-13: Einzelmessung Pt-D-2: dritte von zehn Messungen.

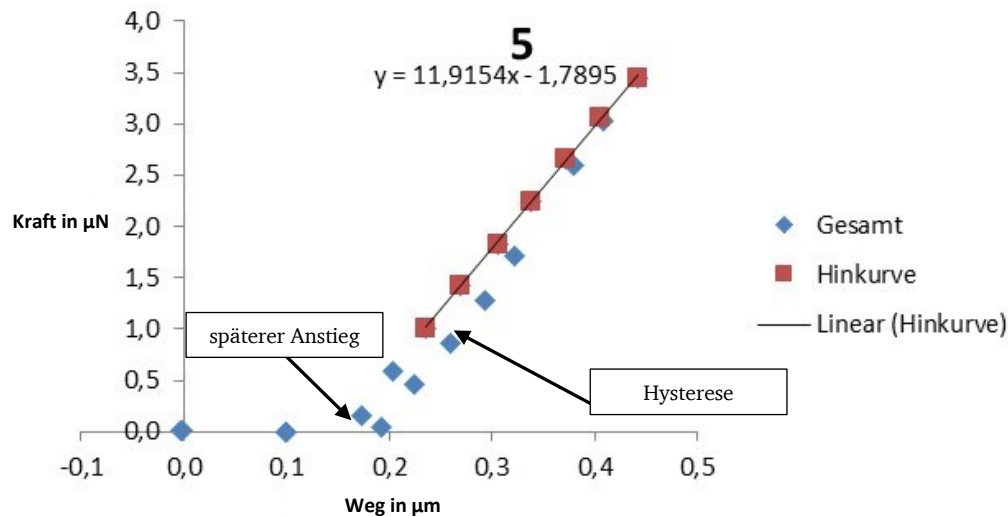


Abbildung 5-14: Einzelmessung Pt-D-3: fünfte von zehn Messungen.

Beurteilung ausgewählter Kraft-Weg-Kurven

Pt-C) Warum die Kraft-Weg-Kurve des ersten Arrays so stark von der der anderen Arrays abweicht, ist auf einen Messfehler zurückzuführen. Beim Betrachten der REM-Aufnahmen können keine wesentlichen Unterschiede zwischen den einzelnen Arrays festgestellt werden, so dass für alle Arrays ein ähnliches Ergebnis zu erwarten wäre (siehe Abbildung 4-14 bzw. Abbildung 5-7). Da das zweite und dritte Array deutlich geringere relative Standardabweichungen aufweisen, kann das erste Array als Ausreißer interpretiert werden. Eine mögliche Erklärung für den Messfehler ist, dass die Messspitze keinen guten Kontakt mit der Kappe aufbauen konnte, weil sie zu tief oder zu hoch vor dem Array platziert wurde. Dadurch kam es zu starken Wechselwirkungen (z. B. Adhäsion) während der Messung, wodurch sich das Array von der ersten bis zur zehnten Messung veränderte. Die Erklärung und der Einfluss des späteren Anstiegs der Kraft-Weg-Kurve ist weiter oben ausführlich erklärt, er ist in der Fehlplatzierung der Messspitze begründet, der die Federkonstante jedoch nicht beeinflusst. Die typische Hysterese und Adhäsion kommen durch Wechselwirkungen zwischen der Messspitze und dem Array zustande.

Pt-D) Auch bei Pt-D-2 und Pt-D-3 ist der spätere Anstieg der Kurve durch die Fehlplatzierung der Messspitze zu Beginn der Messung zu erklären. Alle Arrays dieser Konfiguration zeigen ein ähnliches mechanisches Verhalten, wenn sie durch eine externe Kraft angeregt werden. Beim Betrachten der REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4-15 bzw. Abbildung 5-7) zeigen sich auch Auswüchse auf den Kappen, jedoch sind diese im Vergleich zur Pt-C-Konfiguration mehr halbkugelförmig. Die relative Standardabweichung von 14 % für das zweite Array Pt-D-2 ist genau wie Pt-C-1 über einen Messfehler erklärbar, bei dem die Messspitze das Array nicht

richtig getroffen hat. Die anderen beiden Arrays haben mit weniger als 5 % eine relativ niedrige Standardabweichung.

Einfluss des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})

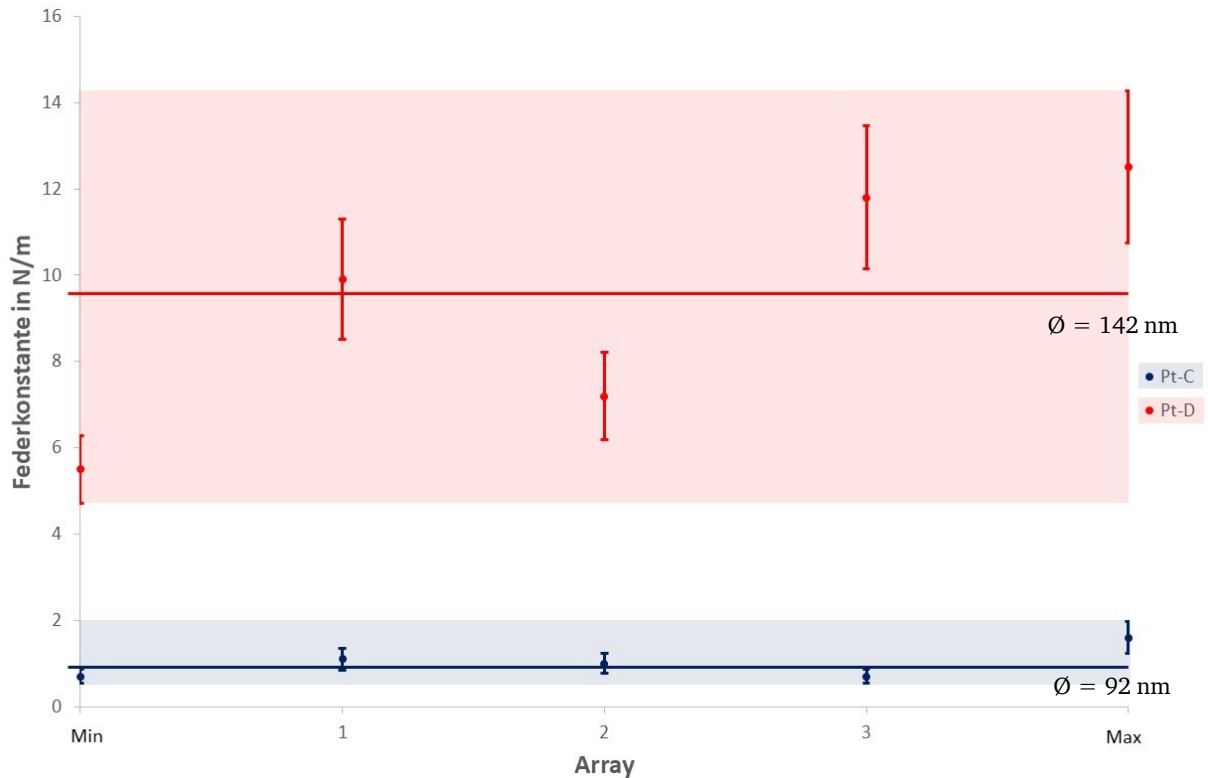


Abbildung 5-15: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-C und Pt-D. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.

Abbildung 5-15 zeigt die Gegenüberstellung der Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen Pt-C und Pt-D. Der blaue Bereich enthält die minimal und maximal gemessenen Federkonstanten aus allen vermessenen Arrays (-1, -2, -3 aus jeweils zehn Messungen) auf der y-Achse und die durchschnittlichen Federkonstanten für jedes einzelne Array (-1, -2, -3) der Konfiguration Pt-C. Die Messschranken entsprechen der höchsten ermittelten relativen Standardabweichung aus den jeweils zehn Messungen der drei Arrays. Der rote Bereich gilt analog für die Arraykonfiguration Pt-D.

Erwartet wurde, dass die Federkonstanten innerhalb der jeweiligen Konfiguration ähnlich sind. Das trifft auf das NDA Pt-C zu. Die Differenz zwischen der höchsten und der niedrigsten Federkonstanten beträgt 1 N/m. Einen deutlich größeren Bereich nimmt Pt-D ein. Die Differenz liegt bei 7 N/m. Auch hier lässt sich die Schwankung über die Gestalt und Größe der Arrays erklären, wie beim Vergleich von Pt-A und Pt-B weiter oben ausführlich beschrieben. Da Pt-C und Pt-D eine deutlich höhere Drahtflächendichte als Pt-A und Pt-B haben, lässt sich aus diesen

Ergebnissen schließen, dass die Verteilung der Drahtdurchmesser nur noch einen untergeordneten Einfluss auf die Federkonstante hat. Viel größer ist der Einfluss der Drahtanzahl, speziell bei den SDAs. Gerade bei den hohen Drahtflächendichten mit größeren Drahtdurchmessern ist die Wahrscheinlichkeit erhöht, dass einzelne Kanäle überlappen und sich Drahtzwillinge, -drillinge, usw. ausbilden. Daraus folgend wären die relativen Drahtdurchmesser der Mehrfachdrähte größer als die der Einzeldrähte. Da auch hier nicht überprüft werden kann, ob und wie viele Drähte zusammengewachsen sind, erklärt dies den Einfluss der deutlich höheren Schwankung des SDAs Pt-D. Ein weiterer entscheidender Faktor kommt hinzu, wenn die Federkonstante des Kraftsensors an der Messspitze betrachtet wird. Sie liegt bei ca. 6,2 N/m im Durchschnitt. Das bedeutet, dass das Array eine größere Federkonstante als der Kraftsensor selbst hat. Dies führt zu einem Messfehler, da der Kraftsensor nicht richtig messen kann und liefert eine weitere Erklärung für die große Schwankung der Federkonstanten.

Trotz der fehlerbehafteten Bestimmung der exakten geometrischen Eigenschaften der Arrays und obwohl in Abbildung 5-15 die beiden Ausreißer Pt-C-1 und Pt-D-2 mit aufgeführt wurden und als Fehlerschranke jeweils die höchste relative Standardabweichung für alle Federkonstanten eingetragen wurde, zeigt sich eine klare Abstufung zwischen dem NDA Pt-C (durchschnittliche Federkonstante = 0,9 N/m) und dem SDA Pt-D (durchschnittliche Federkonstante = 9,6 N/m). Theoretisch betrachtet ist die Konfiguration mit den dünneren Drähten (Pt-C) flexibler als das Array mit den dickeren Drähten (Pt-D) (siehe Gleichung 2-12). Dies kann mit der kleineren Federkonstanten von Pt-C belegt werden.

5.2.3. Variation der Drahtlänge

Das dritte Arraykonfigurationspaar Pt-E und Pt-F unterscheidet sich hauptsächlich in seinen Drahtlängen. Die Drahtlänge von Pt-E ist 100 μm und von Pt-F 10 μm . Die theoretische Drahtflächendichte liegt bei 10^8 cm^{-2} ; die Größe der Arraygrundfläche ist 50 μm im Durchmesser. Die Drahtdurchmesser liegen nahe beieinander und werden daher in der Wertung als nahezu gleich angesehen (Pt-E: 197 nm und Pt-F: 181 nm). Diese beiden Konfigurationen sind seitens der Ionenspur-Templatmethode das Minimum und das Maximum der erreichbaren Drahtlängen. Die Kraft-Weg-Kurven sind in Abbildung 5-16 gezeigt.

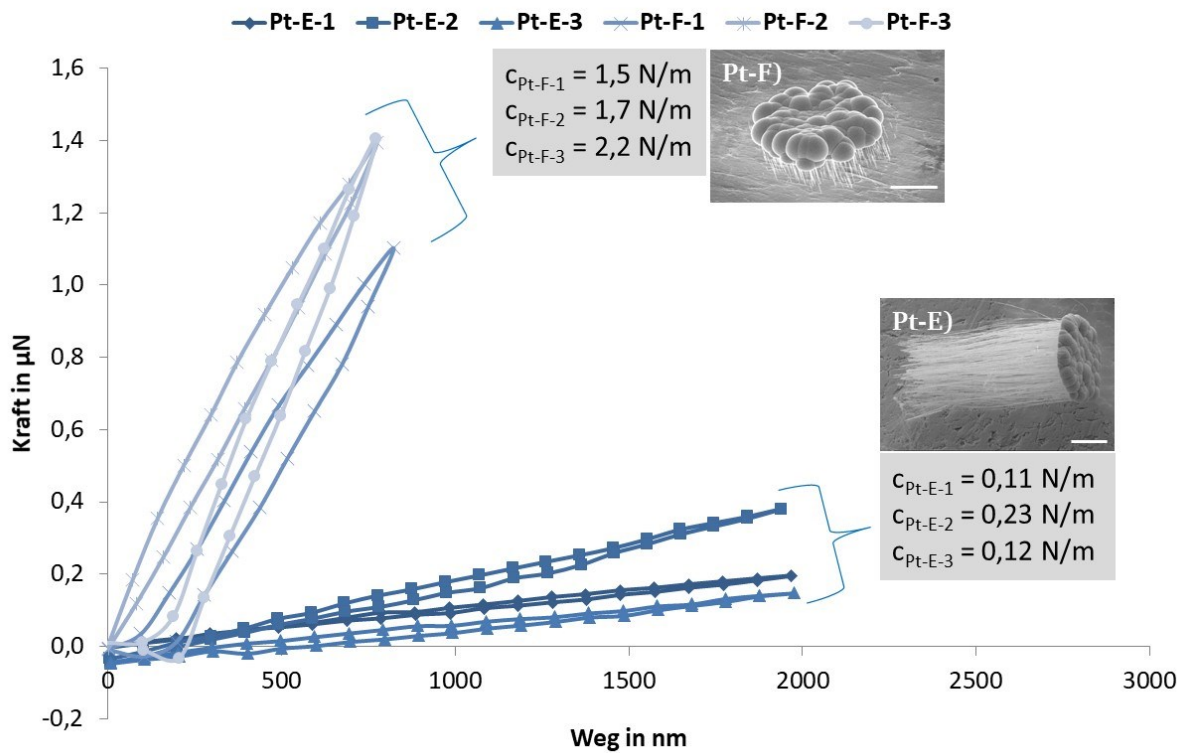


Abbildung 5-16: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-E und Pt-F. Die beiden Arrays unterscheiden sich in der Drahtlänge (Pt-E: 100 μm , Pt-F: 10 μm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtdurchmesser sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10^8 cm^{-2} und $\approx 190 \text{ nm}$). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).

Tabelle 5-4: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-E und Pt-F (Unterschied in der Drahtlänge: Pt-E: 100 μm , Pt-F: 10 μm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.

Pt-E	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-E-1	0,11	0,10	0,11	4,4
Pt-E-2	0,23	0,22	0,24	2,1
Pt-E-3	0,12	0,10	0,15	12
Gesamt (gerundet)	0,2	0,10	0,24	-

Pt-F	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
Pt-F-1	1,5	1,3	1,7	7,4
Pt-F-2	1,7	1,5	1,8	4,2
Pt-F-3	2,2	2,1	2,3	2,6
Gesamt (gerundet)	1,8	1,3	2,3	-

Die durchschnittliche Federkonstante der Konfiguration Pt-E ist mit 0,2 N/m deutlich kleiner als die der Konfiguration Pt-F mit 1,8 N/m. Die SD von Konfiguration Pt-E sind länger als die SD der Konfiguration Pt-F.

Pt-E-1 und Pt-E-2) Die ersten beiden Arrays verhalten sich sehr ähnlich. Die Hysterese und auch die Adhäsion am Ende der zehn Messungen (siehe Abbildung 5-17 und Abbildung 5-18) sind vorhanden. Die relativen Standardabweichungen betragen 4,4 % und 2,1 %.

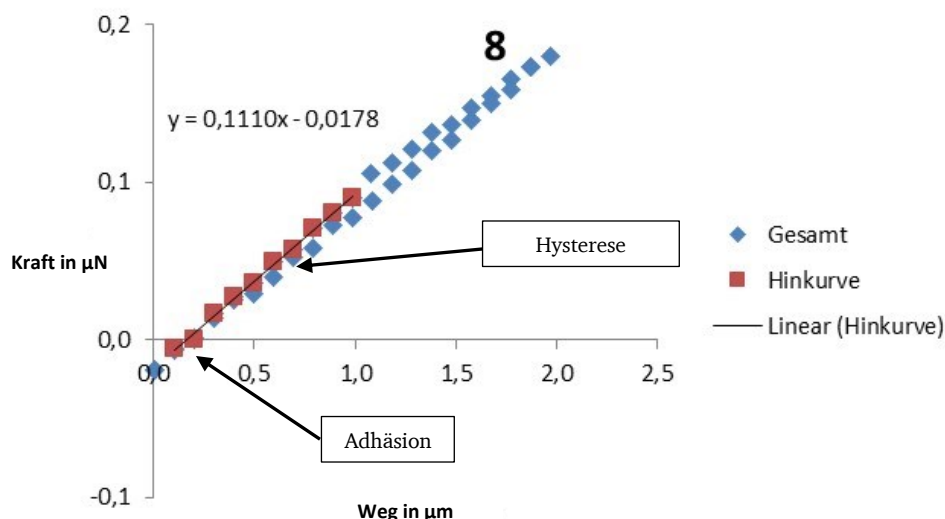


Abbildung 5-17: Einzelmessung Pt-E-1: achte von zehn Messungen.

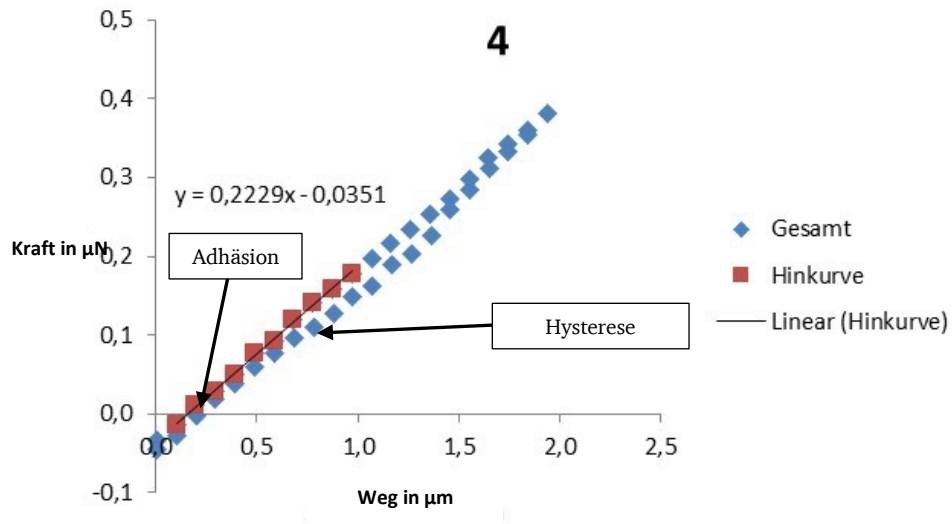


Abbildung 5-18: Einzelmessung Pt-E-2: vierte von zehn Messungen.

Pt-E-3) Das dritte untersuchte Array zeigt eine deutliche Abweichung der Kurven von den anderen beiden Arrays. Die relative Standardabweichung beträgt 12 %. Die Kurven unterscheiden sich zwischen der ersten und der zehnten Messung (siehe Abbildung 5-19 und Abbildung 5-20). Die Hysteresis ist stark ausgeprägt und die Adhäsion am Ende der Entlastung ist ebenfalls deutlich ausgeprägt.

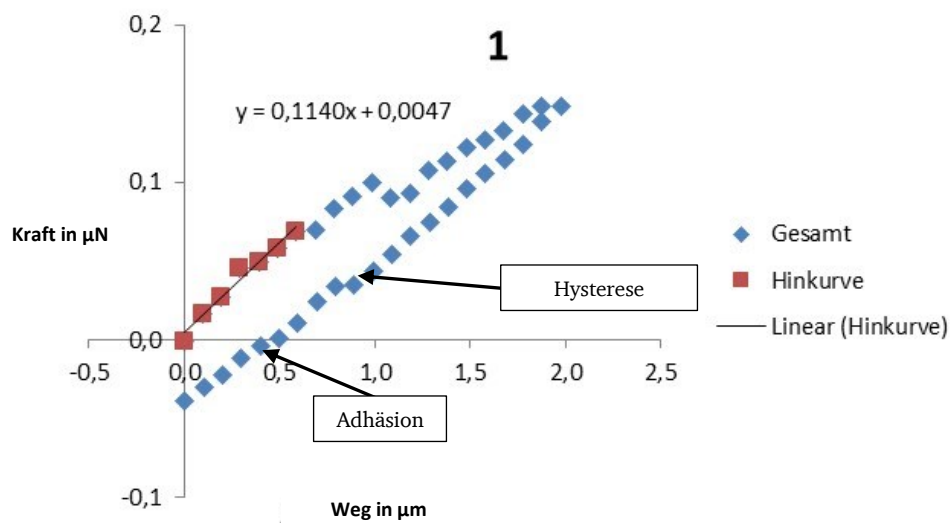


Abbildung 5-19: Einzelmessung Pt-E-3: erste von zehn Messungen.

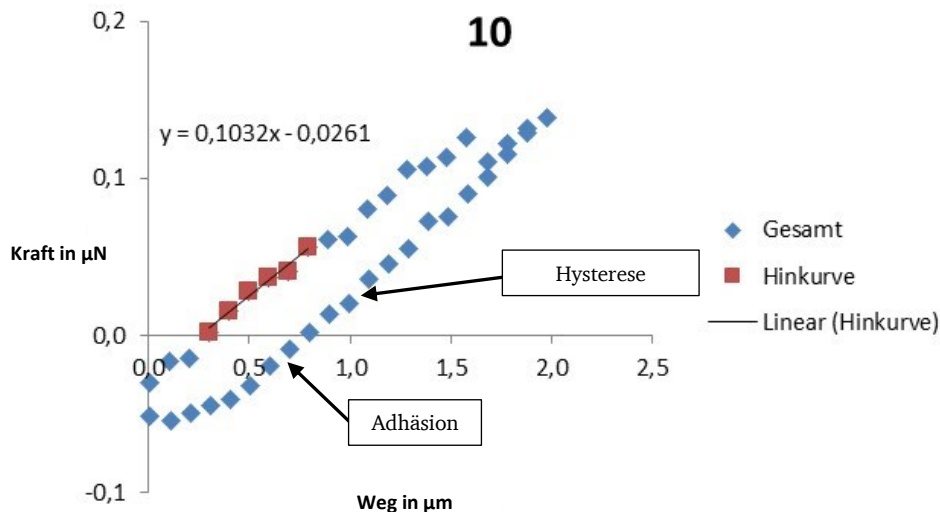


Abbildung 5-20: Einzelmessung Pt-E-3: zehnte von zehn Messungen.

Pt-F-1 und Pt-F-2) Die ersten beiden Arrays verhalten sich sehr ähnlich zueinander. Die Hysterese ist bei beiden ähnlich stark ausgeprägt. Die Adhäsion ist gering am Ende der Messungen (siehe Abbildung 5-21 und Abbildung 5-22). Die relativen Standardabweichungen betragen 7,4 % und 4,2 %.

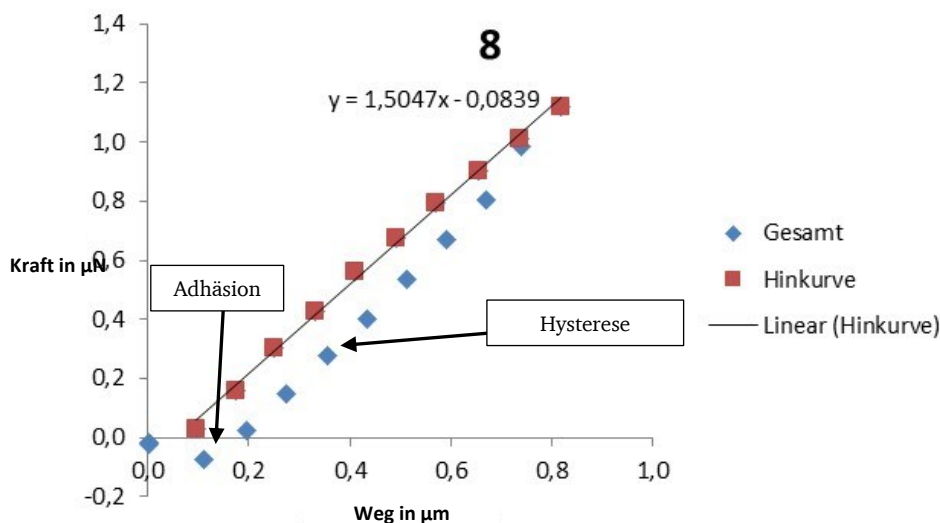


Abbildung 5-21: Einzelmessung Pt-F-1: achte von zehn Messungen.

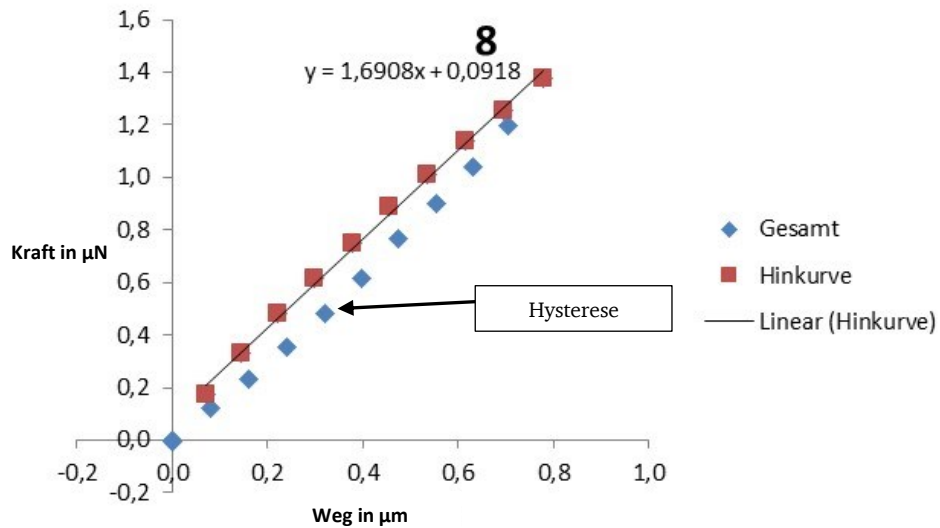


Abbildung 5-22: Einzelmessung Pt-F-2: achte von zehn Messungen.

Pt-F-3) Das dritte analysierte Array zeigt einen Unterschied zwischen den ersten und den folgenden Messungen auf. Die Hysteresis ist zu Beginn stark ausgeprägt und lässt im Laufe der Messungen immer mehr nach. Der Anstieg der Kurve in späteren Messungen beginnt später als bei den ersten Messungen (siehe Abbildung 5-23 und Abbildung 5-24). Die relative Standardabweichung beträgt 2,6 %.

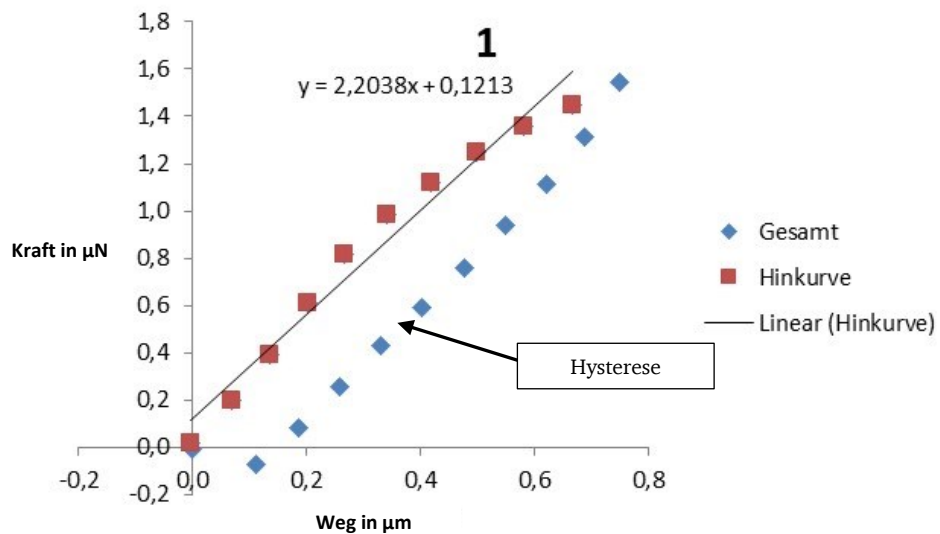


Abbildung 5-23: Einzelmessung Pt-F-3: erste von zehn Messungen.

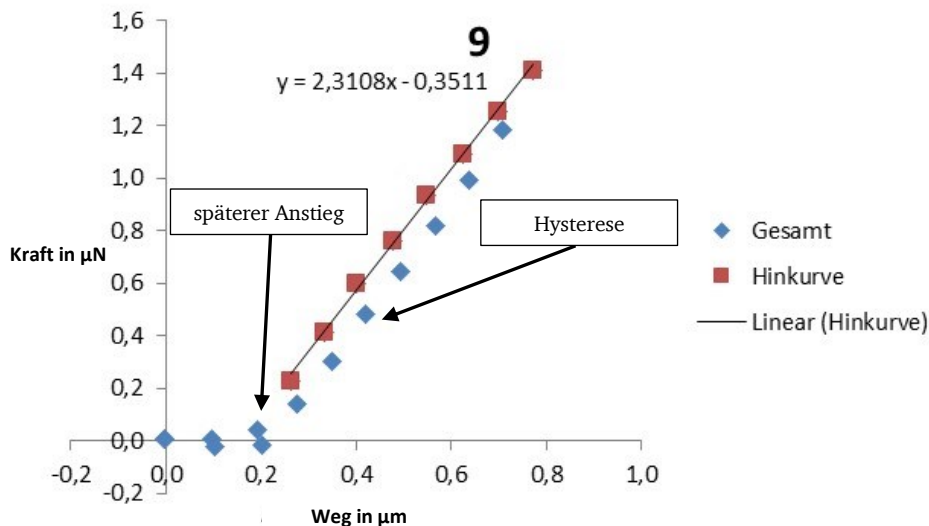


Abbildung 5-24: Einzelmessung Pt-F-3: neunte von zehn Messungen.

Beurteilung ausgewählter Kraft-Weg-Kurven

Pt-E) Die Kraft-Weg-Kurven zeigen bei allen Arrays eine Hysteresis und Adhäsion. Hierfür sind die verschiedenen Wechselwirkungskräfte zwischen der Messspitze und dem Array verantwortlich. Das dritte Array Pt-E-3 scheint sich während der Messung irreversibel verändert zu haben, da sich die Kurven zwischen der ersten und der zehnten Messung unterscheiden. Beim Betrachten der REM-Aufnahmen fällt auf, dass bei dieser Konfiguration viele stehende aber auch umgefallene Arrays existieren (siehe Abbildung 4-16). Das bedeutet, dass die Arrays insgesamt nicht sehr stabil waren, was wiederum heißt, dass das erste und zweite Array bei den Messungen noch stabil und intakt waren, das dritte Array jedoch instabil war und sich im Laufe der Messung verformt hat, bis es wahrscheinlich sogar umgekippt ist. Die Kappen sind gleichmäßig gewachsen, wodurch es zur gleichmäßigen Krafteinleitung kommen sollte. Ein weiterer möglicher Grund für den großen Unterschied der Kraft-Weg-Kurve des dritten Arrays Pt-E-3 zu den anderen beiden Pt-E-1 und Pt-E-2 kann die Positionierung der Messspitze vor dem Array sein. Die Messspitze in Höhe von 100 μm an die Kappe anzusetzen stellte eine Herausforderung dar. Es kann, aufgrund der Position der Kamera am Nanokraftmessplatz nicht nachvollzogen werden, ob die Messspitze das Array in der richtigen Höhe getroffen hat. Die niedrigen relativen Standardabweichungen der ersten beiden Arrays zeigen, dass diese Arrays sich während der Messung nicht signifikant verändert haben.

Pt-F) Pt-F stellt sich ähnlich dar wie Pt-E. Die ersten beiden Arrays Pt-F-1 und Pt-F-2 weisen die Hysteresis und Adhäsion aufgrund der Kräftechselwirkungen auf. Das dritte Array Pt-F-3 muss sich während der Messung verändert haben, was durch den späteren Anstieg der Kraft-

Weg-Kurve in den folgenden Messungen bemerkbar machte. Die REM-Bilder zeigen außerdem deutlich, dass alle Arrays Auswüchse besitzen und damit keine gleichmäßige Krafteinleitung ermöglichen (siehe Abbildung 4-17). Die Herausforderung bei dieser Konfiguration war ebenfalls, die Messspitze 10 μm über dem Boden vor dem Array zu positionieren. Ist die Spitze zu hoch oder zu tief, wirkt sich das auf die Messwerte aus und erklärt die starke Schwankung zwischen den drei untersuchten Arrays.

Einfluss der Drahtlänge

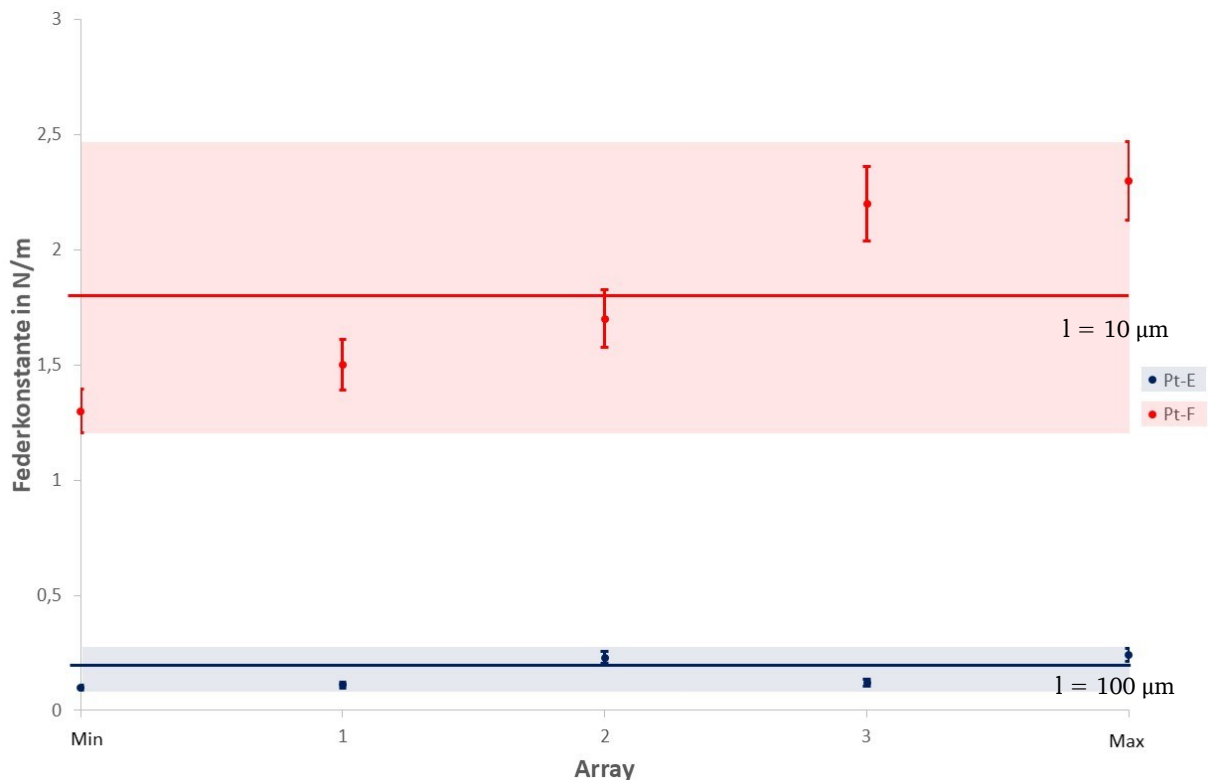


Abbildung 5-25: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-E und Pt-F. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.

Abbildung 5-25 zeigt die Gegenüberstellung der Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen Pt-E und Pt-F. Der blaue Bereich enthält die minimal und maximal gemessenen Federkonstanten aus allen vermessenen Arrays (-1, -2, -3 aus jeweils zehn Messungen) auf der y-Achse und die durchschnittlichen Federkonstanten für jedes einzelne Array (-1, -2, -3) der Konfiguration Pt-E. Die Messschranken entsprechen der höchsten ermittelten relativen Standardabweichung aus den jeweils zehn Messungen der drei Arrays. Der rote Bereich gilt analog für die Arraykonfiguration Pt-F.

Erwartet wurde, dass die Federkonstanten innerhalb der jeweiligen Konfiguration ähnlich sind. Das trifft auf das SDA Pt-E zu. Die Differenz zwischen der höchsten und der niedrigsten Federkonstanten beträgt 0,14 N/m. Einen deutlich größeren Bereich nimmt das SDA Pt-F ein. Die Differenz liegt bei 1 N/m. Die möglichen Gründe für dieses Verhalten sind nicht vollständig nachvollziehbar. Werden die REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 5-16) betrachtet, müsste die Arraykonfiguration Pt-F mit den langen Drähten deutlich stärker schwanken, als das Array mit den kürzeren Drähten, da eine viel größere Anzahl an Drähten vorhanden ist, die zum Teil leicht gebogen sind. Hieraus kann geschlossen werden, dass andere Faktoren die Federkonstante bestimmen.

Trotz der fehlerbehafteten Bestimmung der exakten geometrischen Eigenschaften der Arrays, der in Abbildung 5-25 mit eingezeichneten beiden nicht ideal verlaufenen Messungen der Arrays Pt-E-3 und Pt-F-3 und der jeweils höchsten relativen Standardabweichung für alle Federkonstanten als Fehlerschranke, zeigt sich eine klare Abstufung zwischen dem SDA Pt-E (durchschnittliche Federkonstante = 0,2 N/m) und dem SDA Pt-F (durchschnittliche Federkonstante = 1,8 N/m). Theoretisch betrachtet ist die Konfiguration mit den längeren Drähten (Pt-E) flexibler als das Array mit den kürzeren Drähten (Pt-F) (siehe Gleichung 2-9). Genau dieses Verhalten wird durch die Messergebnisse bestätigt.

5.3. Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs: Auswirkungen auf das mechanische Verhalten

Die nachfolgenden Unterkapitel beschreiben die Auswirkungen auf das mechanische Verhalten der Nickel-Eisen-Drahtarrays, in Form von sich unterscheidenden Kraft-Weg-Kurven, wenn bestimmte geometrische Eigenschaften der Arrays variiert werden. Tabelle 5-5 fasst Informationen zu den geometrischen Eigenschaften der untersuchten Arrays und der gemessenen, korrigierten Federkonstanten zusammen. Insgesamt wurden jeweils drei Arrays (-1, -2, -3) aus vier Arraykonfigurationen (NF-A, NF-B, NF-C, NF-D) mit kreisförmiger Arraygrundfläche aus Nickel-Eisen ausgewählt, Kraft-Weg-Kurven aufgezeichnet und aus der Steigung des linearen Teils der Belastungskurve („Hinkurve“) die Federkonstante ermittelt. Alle Einzelmesskurven inklusive der Rohdaten befinden sich im technischen Anhang TA-G. Alle Kurven sind nach Gleichung 2-2 mit dem Korrekturfaktor 6,19 N/m angepasst. Die ersten Vorversuche zur mechanischen Charakterisierung der Nickel-Eisen-Drahtarrays wurden in [200] veröffentlicht.

Tabelle 5-5: Die für die mechanische Charakterisierung ausgewählten kreisförmigen Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs mit den jeweiligen geometrischen Eigenschaften und der gemessenen Federkonstanten, die mit dem Faktor 6,19 N/m korrigiert wurde. Der jeweils blau markierte Wert zeigt den für die Systematik variierten Wert im Vergleich zur vorherigen Probe an.

	Drähte			Arrays	
Probe	Länge Soll in μm	Durchmesser Ist in nm	Flächendichte Soll in cm^{-2}	Durchmesser Soll in μm	Federkonstante gemessen Mittelwert in N/m (min-max)
NF-A	30	75	10^7	50	0,29 (0,16-0,39)
NF-B	30	162	10^7	50	1,2 (0,9-1,5)
NF-C	30	77	10^8	50	1,1 (0,9-1,3)
NF-D	30	151	10^8	50	4,2 (2,8-5,0)

5.3.1. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})

Für den ersten Vergleich wurden die Nickel-Eisen-Drahtarraykonfigurationen NF-A und NF-B herangezogen. Die Arraykonfigurationen unterscheiden sich in ihrem Drahtdurchmesser. Die Drahtlänge, die theoretische Drahtflächendichte und der Durchmesser der Grundfläche betragen annähernd $30 \mu\text{m}$, 10^7 cm^{-2} und $50 \mu\text{m}$. Die Drähte von NF-A sind mit 75 nm weniger als halb so dick wie die von NF-B mit 162 nm. Das entspricht einem Flächenverhältnis von rund 0,2.

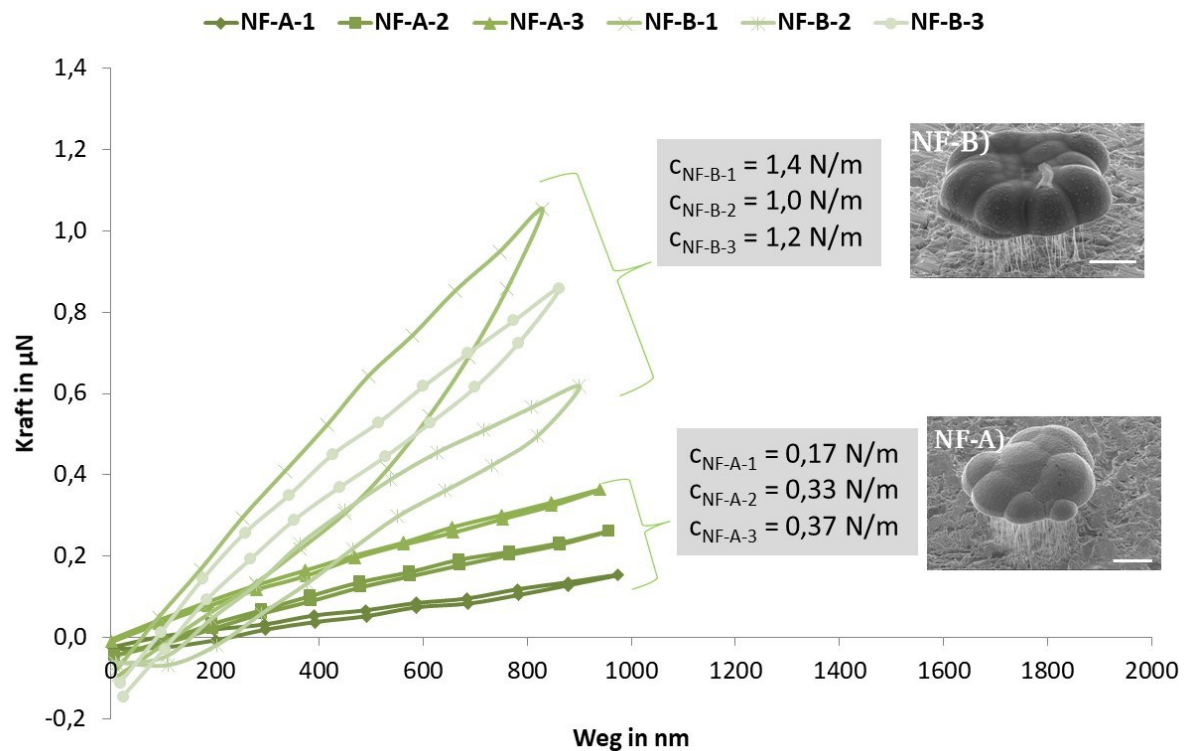


Abbildung 5-26: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Nickel-Eisen-Drahtarrays der Konfigurationen NF-A und NF-B. Der Durchmesser des Arrays, die eingestellte Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch ($50\text{ }\mu\text{m}$, 10^7 cm^{-2} und $30\text{ }\mu\text{m}$). Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (NF-A: 75 nm , NF-B: 162 nm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils $20\text{ }\mu\text{m}$).

Tabelle 5-6: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen NF-A und NF-B (Unterschied im Drahtdurchmesser: NF-A: 75 nm, NF-B: 162 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.

NF-A	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
NF-A-1	0,17	0,16	0,18	4,5
NF-A-2	0,33	0,32	0,35	2,4
NF-A-3	0,37	0,35	0,39	3,0
Gesamt (gerundet)	0,29	0,16	0,39	-

NF-B	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
NF-B-1	1,4	1,3	1,5	4,1
NF-B-2	1,0	0,9	1,1	5,0
NF-B-3	1,2	1,1	1,4	7,2
Gesamt (gerundet)	1,2	0,9	1,5	-

Der Vergleich der beiden Konfigurationen NF-A und NF-B zeigt bei dem Material Nickel-Eisen eine mit 0,29 N/m deutlich kleinere Federkonstante für die Konfiguration NF-A als für NF-B mit 1,2 N/m. NF-A besteht aus ND mit einem kleineren Drahtdurchmesser als die SD aus denen die Konfiguration NF-B aufgebaut ist.

NF-A-1) Das erste Array der Konfiguration NF-A unterscheidet sich wie folgt von den anderen beiden Arrays: Die Kurven besitzen einen Knick und einen späteren Anstieg der Kraft-Weg-Kurve. Die Hysterese ist stärker ausgeprägt als bei den anderen beiden untersuchten Arrays. Zusätzlich wird die Adhäsion am Ende der Entlastung beobachtet (siehe Abbildung 5-27). Die Federkonstante von 0,17 N/m ist unter den drei Arrays die kleinste. Innerhalb der zehn Messungen ergibt sich eine relative Standardabweichung von 4,5 %.

NF-A-2) und NF A-3) Diese beiden Arrays zeigen untereinander einen ähnlichen Charakter. Die Kurven verlaufen schwach hystereseartig, fast schon linear, und es kommt nach der Entlastung zur Adhäsion zwischen Array und Messspitze (siehe Abbildung 5-28 und Abbildung 5-29). Die Federkonstanten ähneln mit 0,33 N/m und 0,37 N/m ebenfalls einander, genau wie die relativen Standardabweichungen mit 2,4 % und 3,0 %.

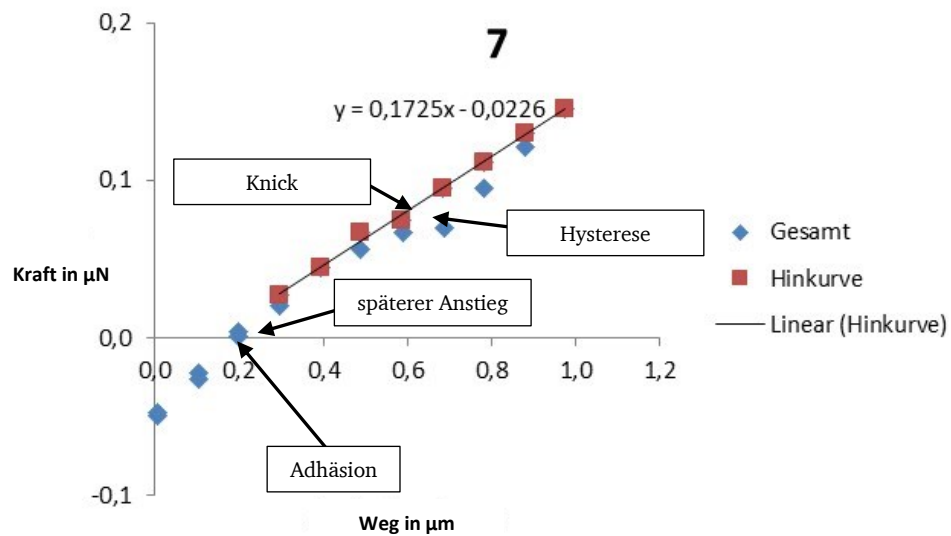


Abbildung 5-27: Einzelmessung NF-A-1: siebte von zehn Messungen.

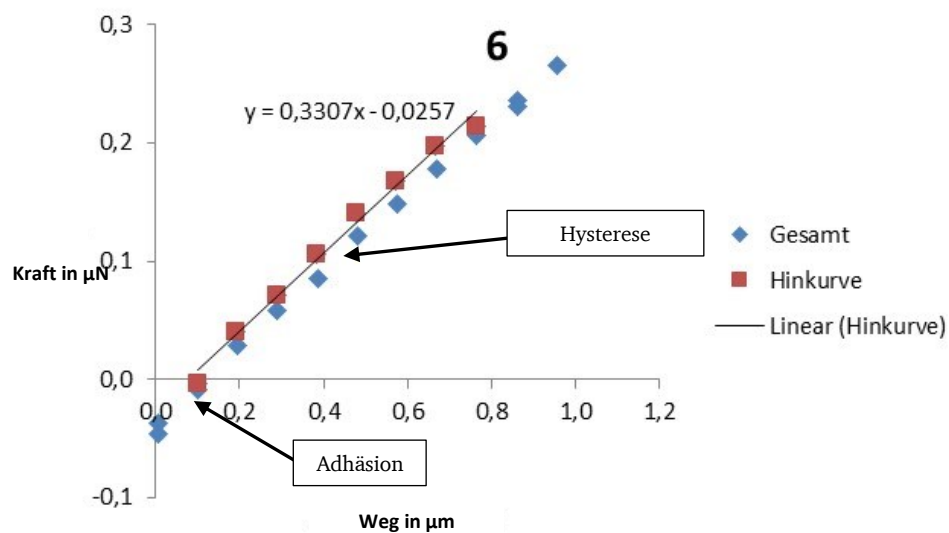


Abbildung 5-28: Einzelmessung NF-A-2: sechste von zehn Messungen.

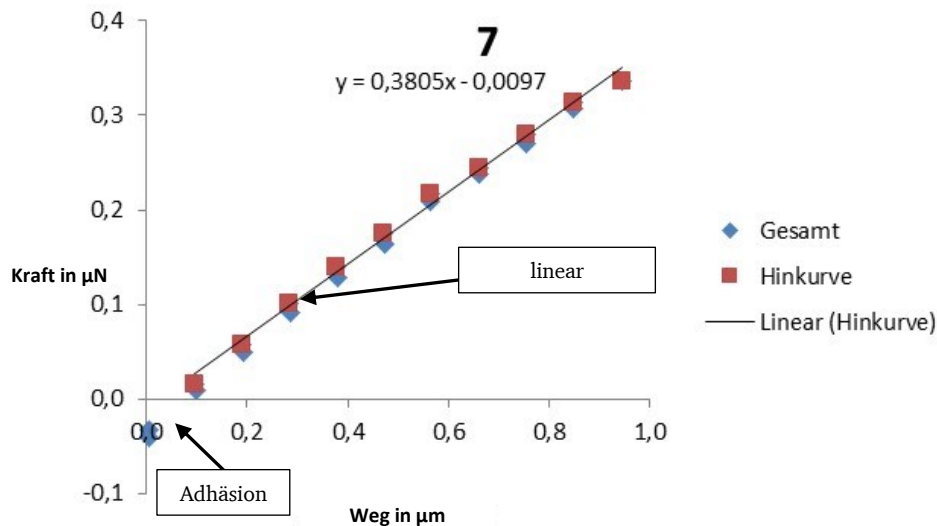


Abbildung 5-29: Einzelmessung NF-A-3: siebte von zehn Messungen.

NF-B-1) Das erste Array besitzt mit 1,4 N/m die höchste Federkonstante bei einer relativen Standardabweichung von 4,1 %. Deutlich werden die Hysterese und die Adhäsion am Ende der Messungen (siehe Abbildung 5-30). Alle zehn Messungen zeigen einen ähnlichen Verlauf.

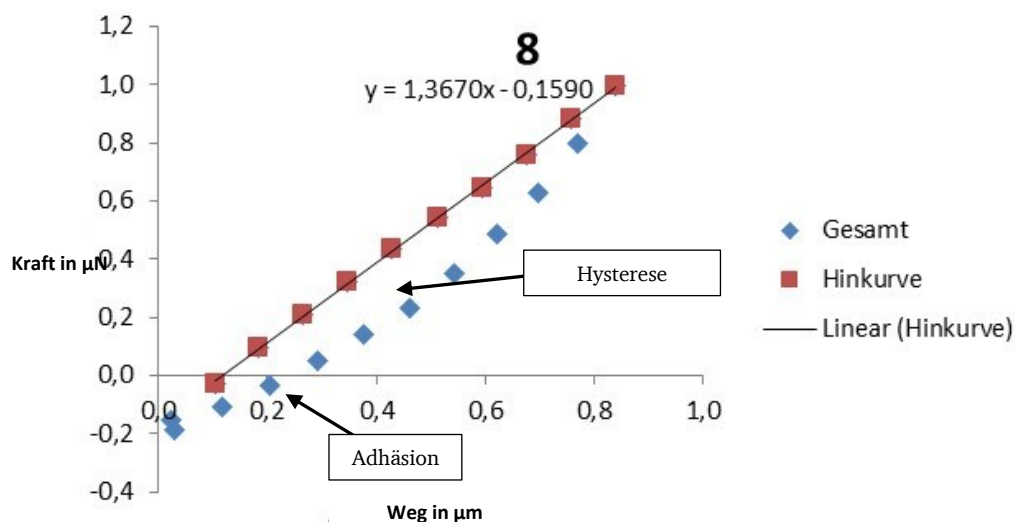


Abbildung 5-30: Einzelmessung NF-B-1: achte von zehn Messungen.

NF-B-2) und NF B-3) NF-B-2 hat eine kleinere Federkonstante als NF-B-3. Beide Arrays weisen bei ungefähr 0,6 µm einen Knick in der Kurve auf. Die Hysterese und die Adhäsion sind auch hier bei beiden Arrays ausgeprägt. Die relativen Standardabweichungen der beiden Arrays liegen bei 5,0 % und 7,2 %.

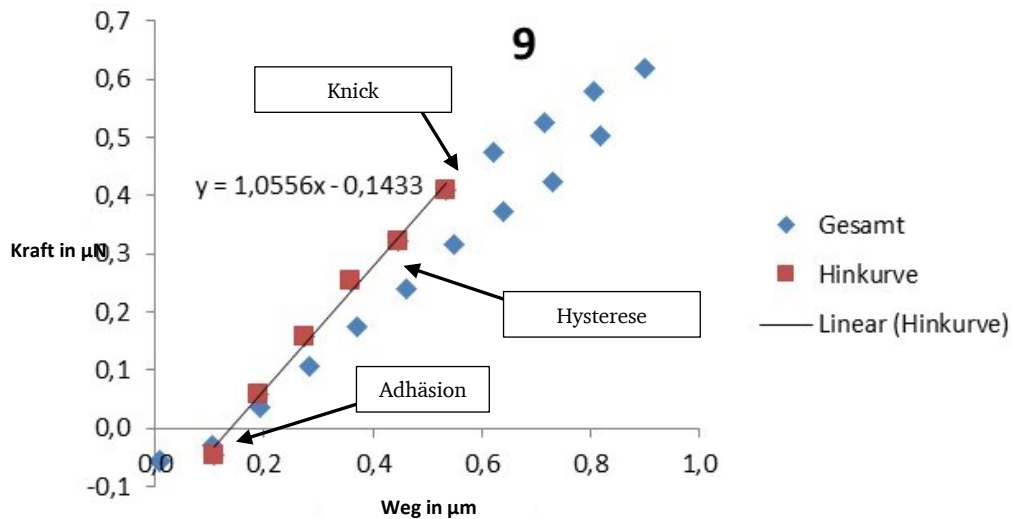


Abbildung 5-31: Einzelmessung NF-B-2: neunte von zehn Messungen.

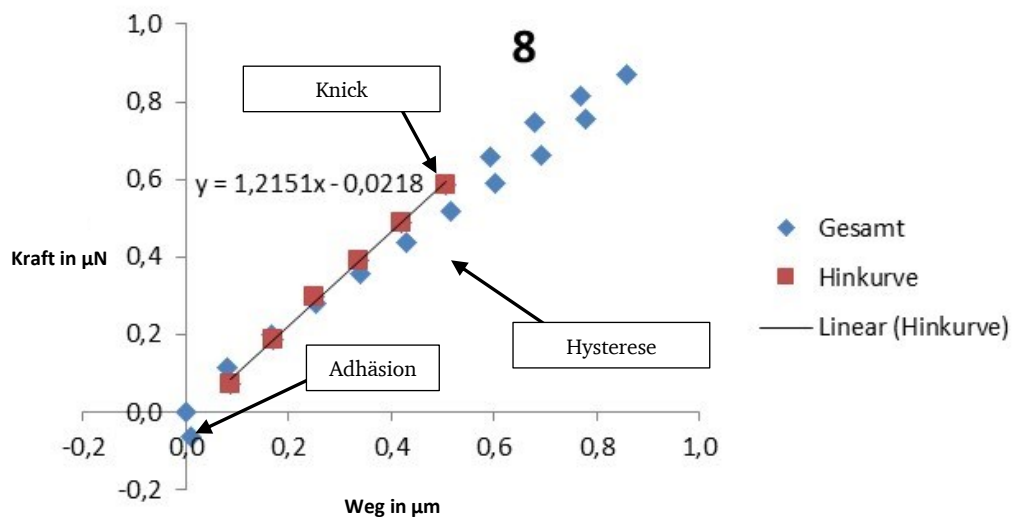


Abbildung 5-32: Einzelmessung NF-B-3: achte von zehn Messungen.

Beurteilung ausgewählter Kraft-Weg-Kurven

NF-A) Die Kraft-Weg-Kurven verlaufen bei zwei Arrays NF-A-1 und NF-A-2 hystereseeartig, beim dritten Array NF-A-3 nahezu linear. Die Erklärung für die Unterschiede liefern die wechselwirkenden Kräfte bei der Be- und Entlastung, analog zu den vorher beschriebenen Arrays, wobei diese bei dem dritten Array weniger stark ausgeprägt sind. Der Knick in der Kurve deutet auf ein Abrutschen der Messspitze hin, was sich bei Betrachtung der REM-Aufnahmen bestätigen lassen kann (siehe Abbildung 4-18 bzw. Abbildung 5-26). Nicht alle Arrays sind ideal kreisförmig und manche haben stärkere Auswüchse, an denen die Krafteinleitung behindert

werden kann. Eine mögliche Erklärung für die unterschiedlichen Federkonstanten zwischen den drei Arrays ist, dass die Drähte nicht alle parallel zueinanderstehen (siehe Detailaufnahme: Abbildung 4-18). Der spätere Anstieg der Kurve passierte höchstwahrscheinlich aufgrund der Fehlplatzierung der Messspitze vor dem Array und beeinflusst die Federkonstante nicht. Die niedrigen relativen Standardabweichungen zeigen, dass die Arrays sich während der Messung nicht verändert haben.

NF-B) Die REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4-19 bzw. Abbildung 5-26) zeigen den Grund für die relativ große Schwankung der Federkonstanten untereinander: Die Kappen sind nicht ideal ausgebildet und auch die Form der Arraygrundfläche ist nicht immer ideal kreisförmig. Hinzu kommen Auswüchse, die die Krafteinleitung beeinflussen und zum Abrutschen der Messspitze führen können. Die niedrigen relativen Standardabweichungen zeigen, dass die Arrays sich während der Messung nicht signifikant verändert haben.

Einfluss des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^7 cm^{-2})

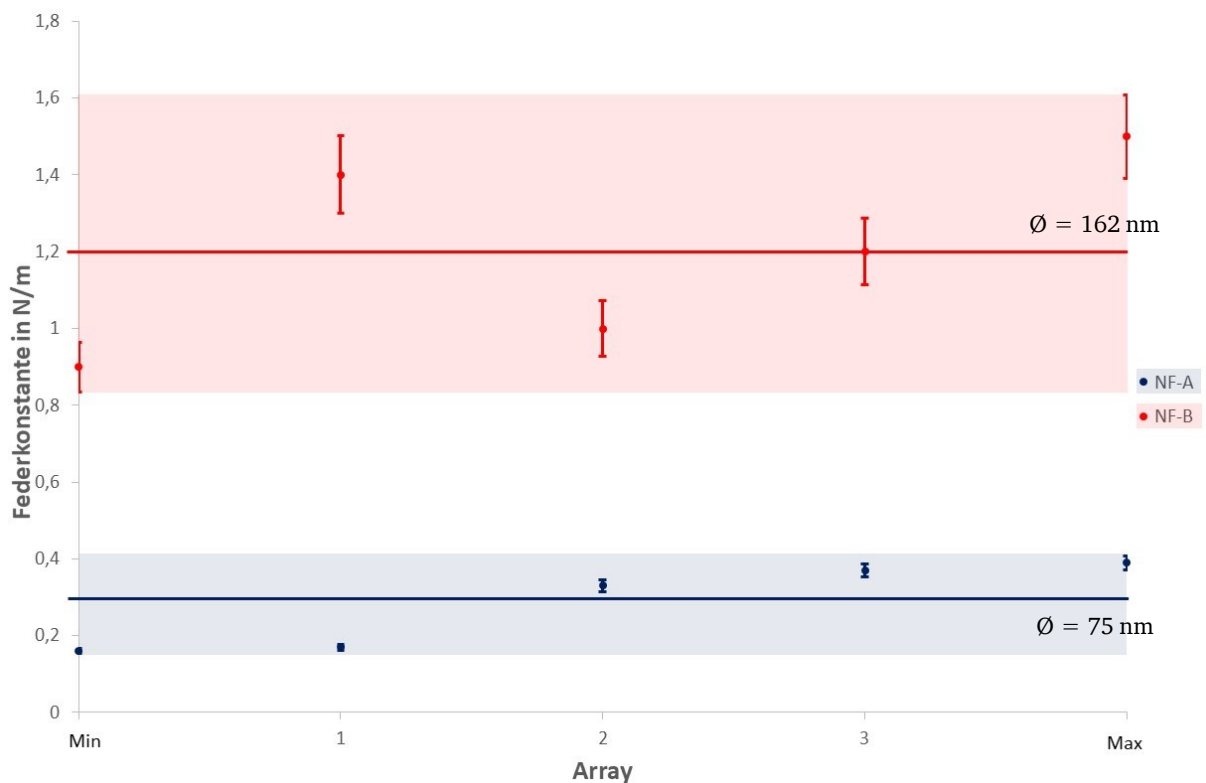


Abbildung 5-33: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen NF-A und NF-B. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.

Abbildung 5-33 zeigt die Gegenüberstellung der Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen NF-A und NF-B. Der blaue Bereich enthält die minimal und maximal

gemessenen Federkonstanten aus allen vermessenen Arrays (-1, -2, -3 aus jeweils zehn Messungen) auf der y-Achse und die durchschnittlichen Federkonstanten für jedes einzelne Array (-1, -2, -3) der Konfiguration NF-A. Die Messschranken entsprechen der höchsten ermittelten relativen Standardabweichung aus den jeweils zehn Messungen der drei Arrays. Der rote Bereich gilt analog für die Arraykonfiguration NF-B.

Auch für das Material Nickel-Eisen wurde erwartet, dass die Federkonstanten innerhalb der jeweiligen Konfiguration ähnlich sind. Das trifft für das NDA NF-A zu. Die Differenz zwischen der höchsten und der niedrigsten Federkonstanten beträgt 0,23 N/m. Einen größeren Bereich nimmt das SDA NF-B ein. Die Differenz liegt bei 0,6 N/m. Diese Differenzen sind in der gleichen Größenordnung wie die vergleichbaren Platin-Drahtarraykonfigurationen.

Auch bei diesen Nickel-Eisen-Konfigurationen kann trotz der fehlerbehafteten Bestimmung der exakten geometrischen Eigenschaften der Arrays und der in Abbildung 5-33 angegebenen höchsten relativen Standardabweichung als Fehlerschranke für die Federkonstanten eine deutliche Abstufung zwischen dem NDA NF-A (durchschnittliche Federkonstante = 0,29 N/m) und dem SDA NF-B (durchschnittliche Federkonstante = 1,2 N/m) erkannt werden. Theoretisch betrachtet ist die Konfiguration mit den dünneren Drähten (NF-A) flexibler als das Array mit den dickeren Drähten (NF-B) (siehe Gleichung 2-12). Dies trifft genau laut der kleineren Federkonstanten von NF-A zufolge auch zu.

5.3.2. Variation des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})

Beim zweiten Vergleich wurden die Nickel-Eisen-Drahtarraykonfigurationen NF-C und NF-D herangezogen. Beide Arrays unterscheiden sich in ihrem Drahtdurchmesser. Die Drahtlänge, die theoretische Drahtflächendichte und der Durchmesser der Grundfläche betragen annähernd $30 \mu\text{m}$, 10^8 cm^{-2} und $50 \mu\text{m}$. Die Drähte von NF-C sind mit 77 nm nur etwa halb so dick wie die von NF-D mit 151 nm. Das entspricht einem Flächenverhältnis von rund 0,3.

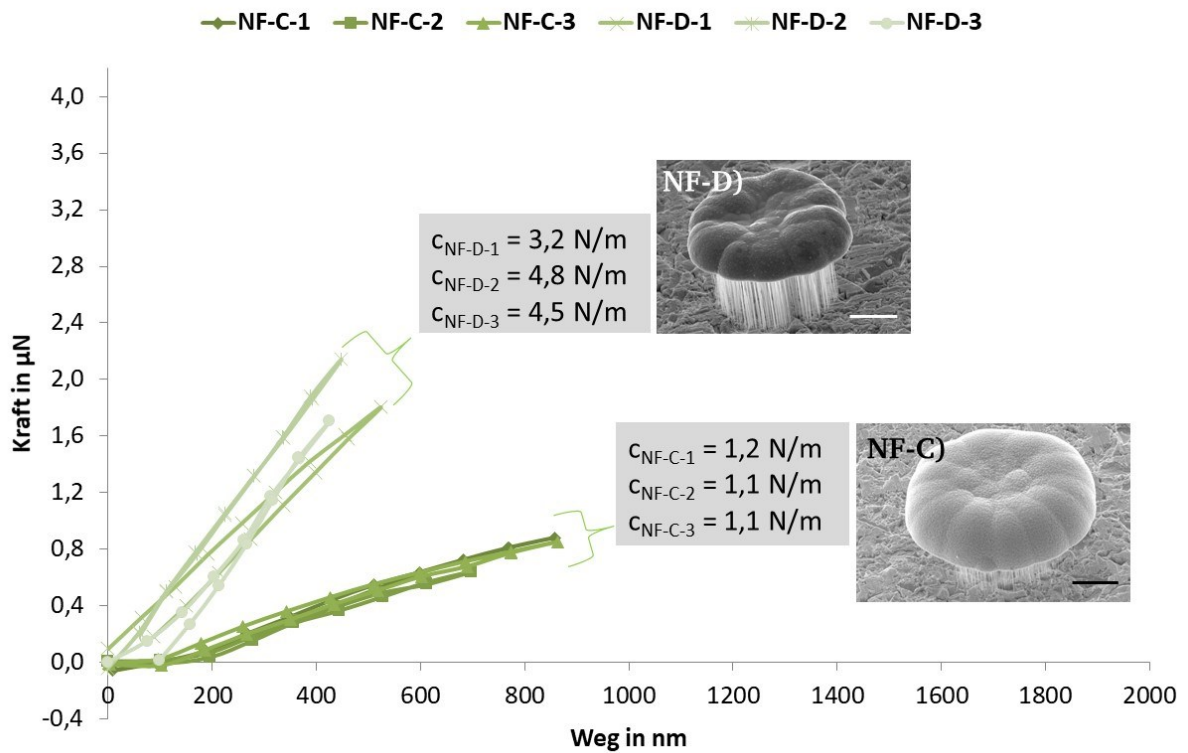


Abbildung 5-34: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Nickel-Eisen-Drahtarrays der Konfigurationen NF-C und NF-D. Der Durchmesser des Arrays, die eingestellte Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch ($50\text{ }\mu\text{m}$, 10^8 cm^{-2} und $30\text{ }\mu\text{m}$). Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (NF-C: 77 nm , NF-D: 151 nm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils $20\text{ }\mu\text{m}$).

Tabelle 5-7: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen NF-C und NF-D (Unterschied im Drahtdurchmesser: NF-C: 77 nm, NF-D: 151 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.

NF-C	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
NF-C-1	1,2	1,2	1,2	1,3
NF-C-2	1,1	0,9	1,3	8,9
NF-C-3	1,1	1,0	1,1	3,9
Gesamt (gerundet)	1,1	0,9	1,3	-

NF-D	MW in N/m	MIN in N/m	MAX in N/m	rel. Std.-Abw. in %
NF-D-1	3,2	2,8	3,5	5,7
NF-D-2	4,8	4,6	5,0	3,3
NF-D-3	4,5	4,1	4,9	5,4
Gesamt (gerundet)	4,2	2,8	5,0	-

Die beiden Arraykonfigurationen NF-C und NF-D unterscheiden sich in ihren Federkonstanten. NF-C hat einen kleineren Drahtdurchmesser und mit 1,1 N/m die kleinere Federkonstante im Vergleich zu NF-D mit 4,2 N/m. NF-C besteht aus ND und NF-D aus SD.

NF-C-1) und NF-C-3) Das erste und das dritte vermessene Array zeigen ein ähnliches mechanisches Verhalten. Die relativen Standardabweichungen liegen bei 1,3 % und 3,9 %. Die Kurven zeigen eine schwache Hysterese bis hin zum nahezu linearen Verlauf. Die Adhäsion am Ende der Messung ist nicht stark bzw. gar nicht ausgeprägt (siehe Abbildung 5-35 und Abbildung 5-36).

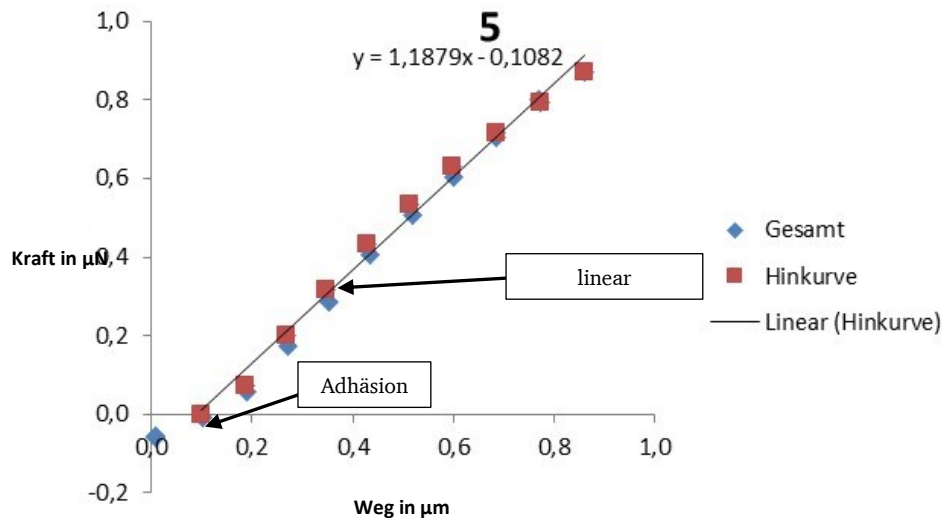


Abbildung 5-35: Einzelmessung NF-C-1: fünfte von zehn Messungen.

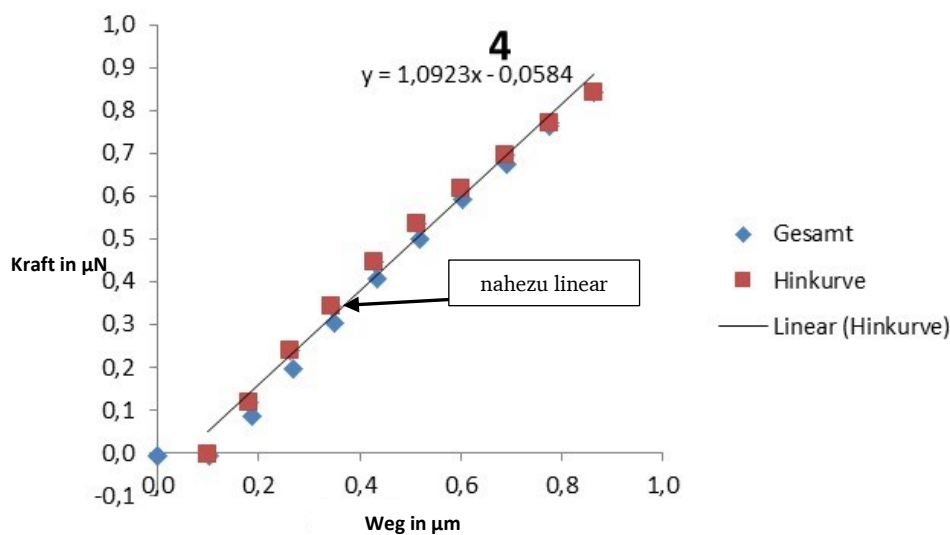


Abbildung 5-36: Einzelmessung NF-C-3: vierte von zehn Messungen.

NF-C-2) Das zweite analysierte Array zeigt einen anderen Verlauf bei der ersten Messung im Vergleich zu den darauffolgenden. Vermutlich hat sich das Array im Laufe der zehn Messungen verändert. Die Hysteresis und die Adhäsion sind nur bei der ersten Messung zu beobachten (siehe Abbildung 5-37 und Abbildung 5-38). Die relative Standardabweichung liegt bei 8,9 %.

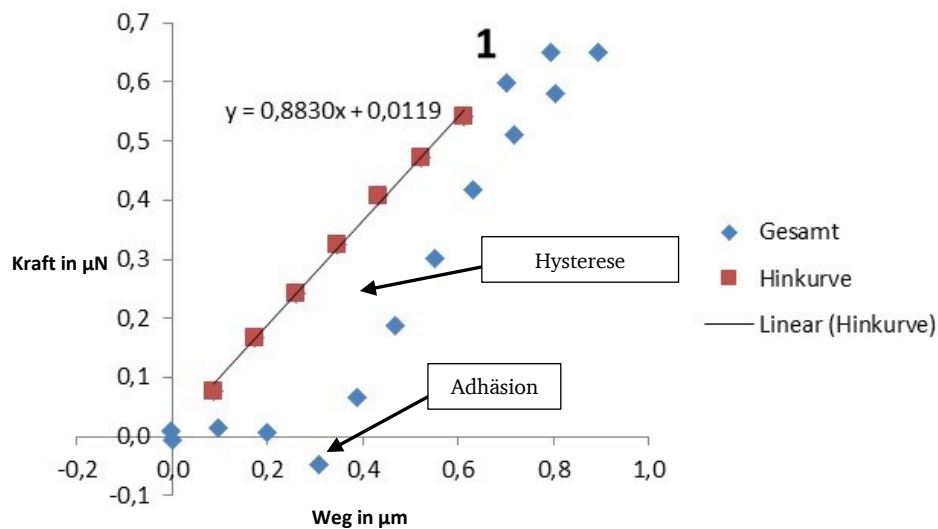


Abbildung 5-37: Einzelmessung NF-C-2: erste von zehn Messungen.

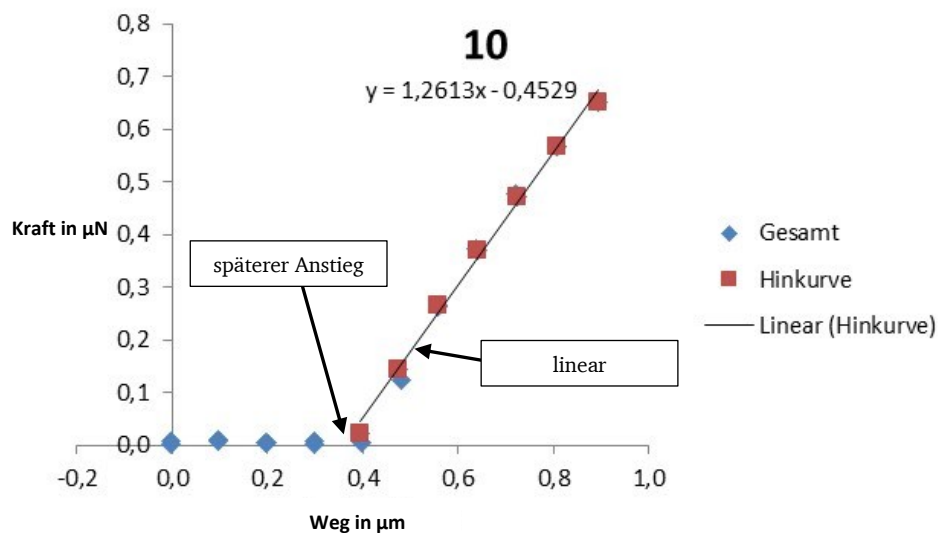


Abbildung 5-38: Einzelmessung NF-C-2: zehnte von zehn Messungen.

NF-D-1) und NF-D-2) Die beiden Arrays der Konfiguration NF-D zeigen ein ähnliches mechanisches Verhalten, wobei die Hysterese beim ersten Array stärker ausgeprägt ist und die Federkonstante des zweiten Arrays wesentlich größer ist. In beiden Fällen kommt es zur Adhäsion am Ende der Messungen (siehe Abbildung 5-39 und Abbildung 5-40). Die relativen Standardabweichungen liegen bei 5,7 % und 3,3 %.

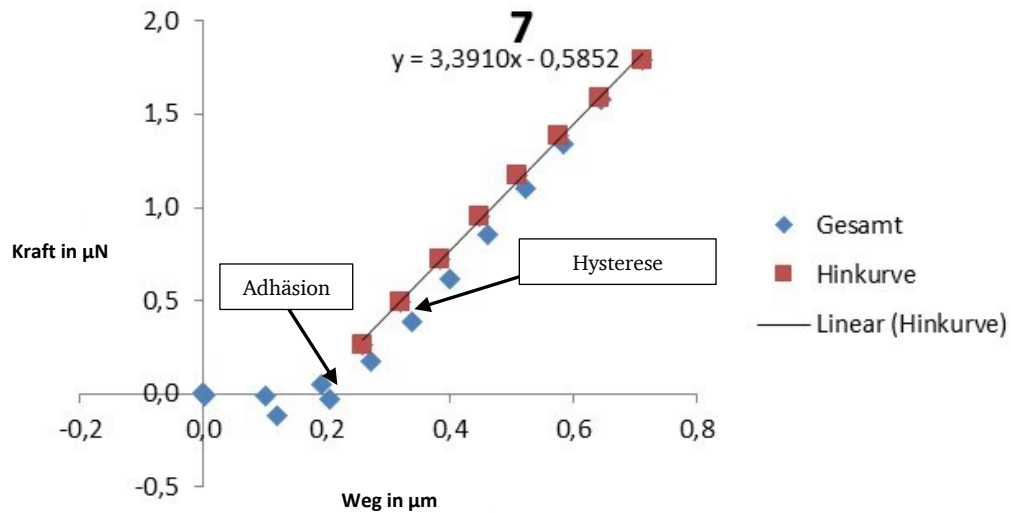


Abbildung 5-39: Einzelmessung NF-D-1: siebte von zehn Messungen.

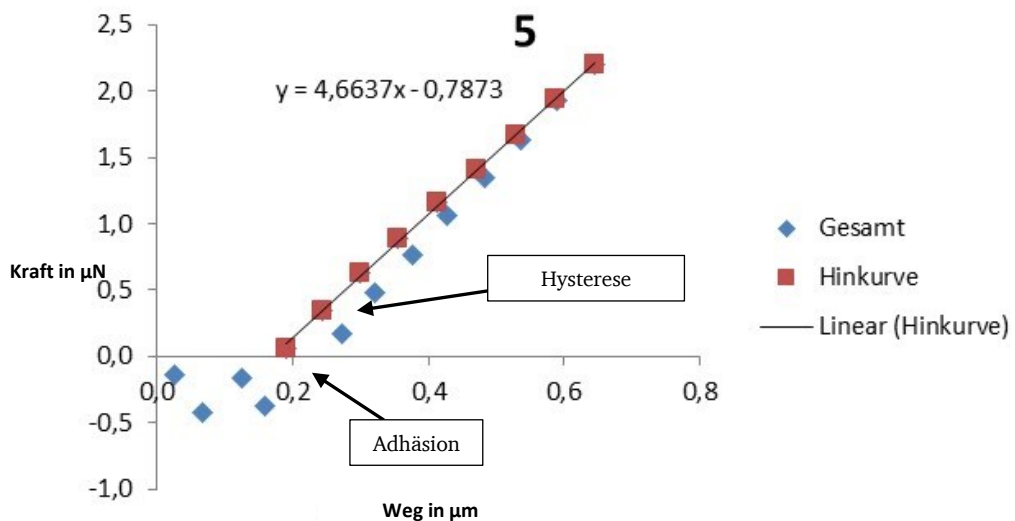


Abbildung 5-40: Einzelmessung NF-D-2: fünfte von zehn Messungen.

NF-D-3) Bei den zehn Messungen am dritten Array ergibt sich eine relative Standardabweichung von 5,4 %. Auch in diesem Fall kommt es zu einer Veränderung der Kraft-Weg-Kurven während der zehn Messungen. Zwischen der vierten und sechsten Messung kommt es zu einem lokalen Sprung im Angriffspunkt der Kraft, wobei die Federkonstanten ähnlich bleiben.

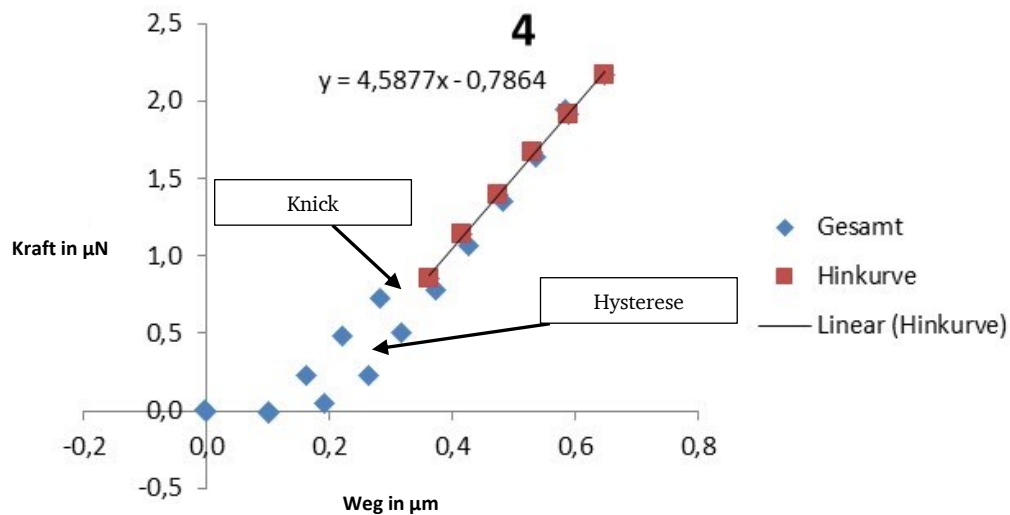


Abbildung 5-41: Einzelmessung NF-D-3: vierte von zehn Messungen.

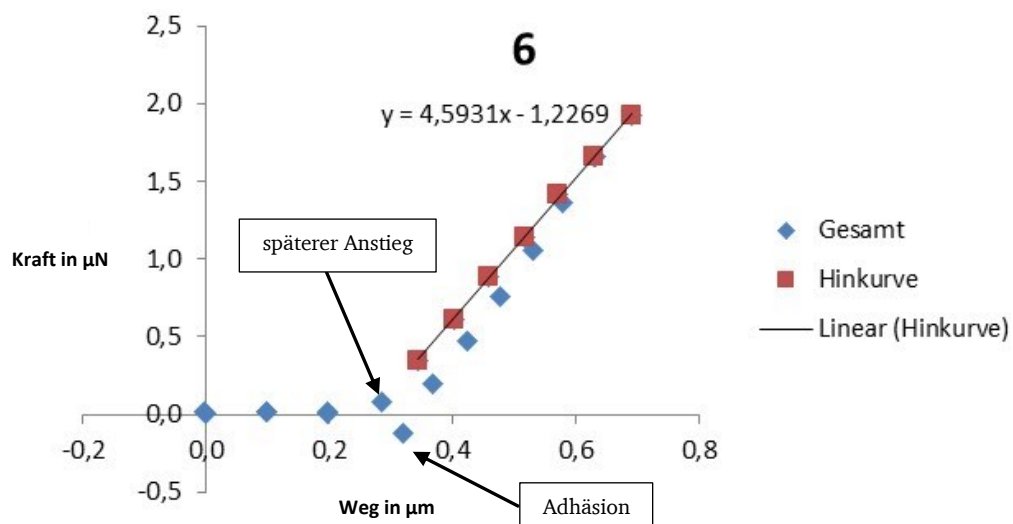


Abbildung 5-42: Einzelmessung NF-D-3: sechste von zehn Messungen.

Beurteilung ausgewählter Kraft-Weg-Kurven

NF-C) Die Kraft-Weg-Kurven verlaufen bei zwei Arrays NF-C-1 und NF-C-3 schwach hysteresartig, nahezu linear. Der Grund dafür sind schwache Wechselwirkungskräfte zwischen der Messspitze und den gemessenen Arrays. Es sieht so aus, als hätte sich das zweite Array NF-C-2 irreversibel verschoben, da der Angriffspunkt der Kraft sich im Laufe der Messungen um 0,4 µm verschob und ein Kontakt zwischen Messspitze und Array erst dort erfolgte.

NF-D) Beim Betrachten der REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4-21 bzw. Abbildung 5-34) fällt auf, dass alle Arrays gleichmäßig gewachsen sind. Aus diesem Grund wurden auch ähnliche

Federkonstanten erwartet. Trotzdem kommt es zu großen Schwankungen bei den Federkonstanten der drei untersuchten Arrays. Eine mögliche Erklärung ist genau wie bei der Platinarraykonfiguration Pt-D, dass nicht alle Eigenschaften des Arrays überprüft werden können: ob tatsächlich alle Drähte mit der Kappe verbunden sind und die Drahtdurchmesser alle ähnlich sind. Auch könnten sich hier bei den größeren Drahtdurchmessern Drahtzwillinge, -drillinge usw. gebildet haben, die das mechanische Verhalten beeinflussen. Das dritte Array NF-D-3 scheint sich auch verändert zu haben, weil sich der Angriffspunkt der Kraft im Laufe der zehn Messungen verändert hat und die Messspitze an einem Auswuchs wohlmöglich abgerutscht ist, wodurch es zum Knick in der Kurve kommt.

Einfluss des Drahtdurchmessers (Drahtflächendichte: 10^8 cm^{-2})

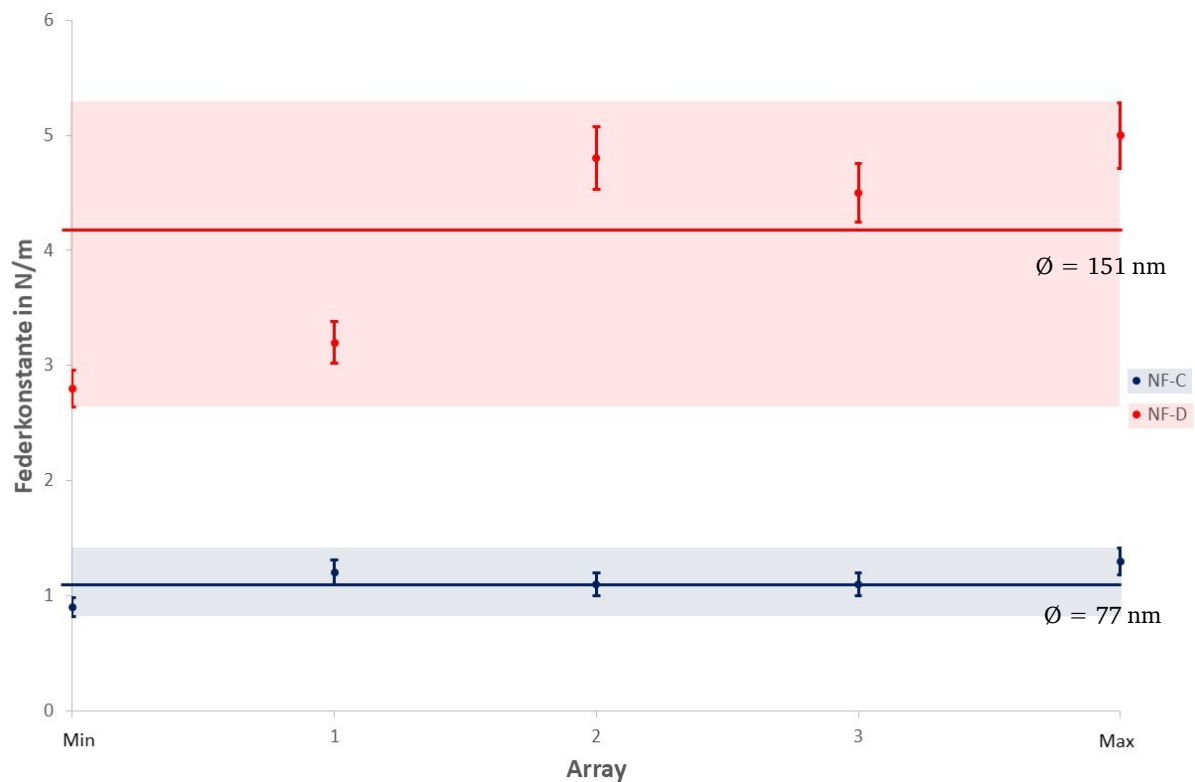


Abbildung 5-43: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen NF-C und NF-D. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.

Abbildung 5-43 zeigt die Gegenüberstellung der Federkonstanten der beiden Arraykonfigurationen NF-C und NF-D. Der blaue Bereich enthält die minimal und maximal gemessenen Federkonstanten aus allen vermessenen Arrays (-1, -2, -3 aus jeweils zehn Messungen) auf der y-Achse und die durchschnittlichen Federkonstanten für jedes einzelne Array (-1, -2, -3) der Konfiguration NF-C. Die Messschranken entsprechen der höchsten

ermittelten relativen Standardabweichung aus den jeweils zehn Messungen der drei Arrays. Der rote Bereich gilt analog für die Arraykonfiguration NF-D.

Erwartet wurde, dass die Federkonstanten innerhalb der jeweiligen Konfiguration ähnlich sind. Das trifft auf das NDA NF-C zu. Die Differenz zwischen der höchsten und der niedrigsten Federkonstanten beträgt 0,4 N/m. Einen deutlich größeren Bereich nimmt NF-D ein; die Differenz liegt bei 2,2 N/m. Auch hier wird deutlich, dass der Drahtdurchmesser einen weniger starken Einfluss auf die Federkonstanten hat als die Drahtanzahl. Da es sich hierbei um eine hohe Drahtflächendichte handelt, ist die Wahrscheinlichkeit erhöht, dass sich gerade bei den SD doppelte, dreifache usw. Drähte ausbilden und einen fälschlichen Beitrag zu den Federkonstanten leisten, was größere Schwankungen verursacht. Die Konfiguration NF-D ist mit Federkonstanten bis zu 5,0 N/m schon im Bereich des Kraftsensorverhaltens, wodurch es zu Messfehlern kommen kann, was zusätzlich die große Schwankung der Federkonstanten erklären kann.

Trotz der fehlerbehafteten Bestimmung der exakten geometrischen Eigenschaften der Arrays und obwohl in Abbildung 5-43 die Federkonstanten der beiden sich anders mechanisch verhaltenden Arrays NF-C-2 und NF-D-3 aufgetragen sind und als Fehlerschranke jeweils die höchste relative Standardabweichung für alle Federkonstanten eingetragen wurde, zeigt sich eine klare Abstufung zwischen dem NDA NF-C (durchschnittliche Federkonstante = 1,1 N/m) und dem SDA NF-D (durchschnittliche Federkonstante = 4,2 N/m). Theoretisch betrachtet ist die Konfiguration mit den dünneren Drähten (NF-C) flexibler als das Array mit den dickeren Drähten (NF-D) (siehe Gleichung 2-12). Diese Korrelation bestätigen auch die Messergebnisse der Federkonstanten.

5.4. Schlussfolgerungen

5.4.1. Variation des Materials: Auswirkung auf das mechanische Verhalten

Ein Vergleich ausgewählter Arrays aus den Materialien Platin und Nickel-Eisen gleicher Konfiguration (Pt-A und NF-A, Pt-B und NF-B, Pt-C und NF-C, Pt-D und NF-D) zeigt in der Theorie einen Unterschied in den Federkonstanten. Da der E-Modul von Nickel-Eisen höher ist als der von Platin, müssten theoretisch auch die Federkonstanten, die linear vom E-Modul abhängen (siehe Gleichung 2-12), größer sein. Die Hypothese wurde überprüft, doch beim Vergleich der Federkonstanten der beiden unterschiedlichen Materialien fällt auf, dass dieser Zusammenhang nur für die Konfigurationen Pt-C und NF-C gegeben ist. Alle anderen Materialpaare erfüllen diese Erwartungen nicht. Daraus kann geschlossen werden, dass die

anderen Einflussfaktoren wie der Drahtdurchmesser, die Drahtanzahl und die Drahtlänge dominanteren Auswirkungen auf die Federkonstante haben als der E-Modul. Bei den Nickel-Eisen-Drahtarrays ist es auch wahrscheinlich, dass es zu magnetischen Wechselwirkungen zwischen den Drähten kommt, was das mechanische Verhalten beeinflussen kann [209].

5.4.2. Vergleich der gemessenen Werte mit den berechneten Werten

Wie im Unterkapitel 2.6 beschrieben wurde, gibt es eine Möglichkeit, durch ein vereinfachtes analytisches Modell eine Vorhersage zu treffen, welcher Zusammenhang zwischen der lateralen Kraft und der lateralen Auslenkung der Drahtarrays zu erwarten ist. Die Berechnung der Federkonstanten ist nach Gleichung 2-9 und Gleichung 2-12 von fünf Größen abhängig. Den größten Einfluss haben der Drahtradius r_D ($\sim r_D^4$), der Arrayradius r_A ($\sim r_A^2$) und die Drahtlänge l ($\sim \frac{1}{l^3}$). Der E-Modul E und die Drahtflächendichte Φ sind linear mit der Federkonstanten verknüpft. Tabelle 5-8 fasst die geometrischen Eigenschaftswerte der Arrays aus Platin zusammen, Tabelle 5-9 die von Nickel-Eisen. Mit aufgeführt sind die Zielwerte in Kursiv, welche die Werte angeben, die ursprünglich für die jeweilige Arraykonfiguration geplant waren und teilweise von den Istwerten abweichen, und die Istwerte stehen in Farbe darunter. In der Spalte ganz rechts sind die berechneten Werte der Federkonstanten aufgelistet. Zunächst kommt der nach Gleichung 2-9 bzw. Gleichung 2-12 berechnete Zielwert in Kursiv. Darunter steht in Farbe der berechnete Istwert. Zu beiden berechneten Werten sind die jeweils nach Gleichung 2-13 berechneten Fehlertoleranzen in Klammern angegeben. Darunter sind in Fett zum Vergleich die gemessenen Mittelwerte der Federkonstanten mit der Messstreuung aufgeführt. Die detaillierten Berechnungen sind im technischen Anhang TA-H zu finden.

Tabelle 5-8: Die für die Untersuchung des mechanischen Verhaltens ausgewählten **Platin**-Drahtarrays mit den jeweiligen geometrischen Ist-Eigenschaften (blau) und der nach Gleichung 2-9 bzw. Gleichung 2-12 berechneten Zielwerten inklusive Toleranzbereichen. Der E-Modul für Platin wird mit 168 GPa als konstant angesehen.

	Drähte			Arrays	
Probe	Länge l	Durchmesser $d_D=2r_D$	Flächendichte Φ	Durchmesser $d_A=2r_A$	Federkonstante berechnet D_A
	Zielwert ZW ± 1	Zielwert ZW ± 20	Zielwert ZW $\pm 10^5$	Zielwert ZW ± 2	Zielwert ZW (Toleranz ZW)
	Ist in μm	Ist in nm	Ist in cm^{-2}	Ist in μm	Ist (Toleranz Ist) gemessen (min-max) in N/m
Pt-A	30	100	10^7	50	0,0720 ($\pm 0,0583$)
	30	76	10^7	56	0,0301 ($\pm 0,0255$) 0,40 (-0,13/+0,12)
Pt-B	30	200	10^7	50	1,1515 ($\pm 0,4836$)
	30	210	10^7	52	1,5138 ($\pm 0,5625$) 1,4 ($\pm 0,3$)
Pt-C	30	100	10^8	50	0,7197 ($\pm 0,5831$)
	30	92	10^8	55	0,6238 ($\pm 0,4531$) 0,9 (-0,3/+0,7)
Pt-D	30	200	10^8	50	11,5145 ($\pm 4,8361$)
	30	142	10^8	51	3,0442 ($\pm 1,6905$) 9,6 (-4,1/+2,9)
Pt-E	100	200	10^8	50	0,0777 ($\pm 0,0318$)
	100	197	10^8	45	0,0593 ($\pm 0,0304$) 0,15 (-0,05/+0,09)
Pt-F	10	200	10^8	50	77,7231 ($\pm 39,3559$)
	10	181	10^8	53	58,5809 ($\pm 28,1613$) 1,8 ($\pm 0,5$)

Beim Vergleich der gemessenen Werte mit den theoretisch erwarteten Werten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der Fehlertoleranzen fallen folgende Dinge auf:

Die berechneten Werte von Pt-A sind deutlich kleiner als die gemessenen Werte der Federkonstanten. Auch die berechneten Zielwerte passen nicht zu den gemessenen Werten. Beim Betrachten der REM-Aufnahmen (Abbildung 4-12) fällt auf, dass die tatsächliche Drahtflächendichte beim Vergleich mit den Arrays aus Pt-B (Abbildung 4-13) höher ist als die gewünschte. Somit verhalten sich die Arrays unflexibler als erwartet.

Bei der Arraykonfiguration Pt-B stimmen sowohl der berechnete Ist- als auch der Zielwert gut mit dem gemessenen Wert überein. Das gleiche trifft auch für die Konfiguration Pt-C zu. Hieraus kann geschlossen werden, dass die tatsächliche Gestalt der Arrays pro Konfiguration gut erhalten ist, was die REM-Aufnahmen auch bestätigen (Abbildung 4-13 und Abbildung 4-14).

Obwohl der tatsächliche Drahtradius für die Konfiguration Pt-D deutlich kleiner ist als der Zielwert, liegt der gemessene Wert im Zielbereich. Zu erklären ist das mit einer anderen Fehlerquelle, der hohen Drahtanzahl. Hier könnte bei der Freilegung der Arrays im Inneren nicht alle Polymerrückstände entfernt worden sein, außerdem ist es bei höheren Drahtdichten wahrscheinlicher, dass es durch Überlappung einzelner Kanäle zur Ausbildung von Drahtzwillingen, -drillingen, usw. kommt, was die Federkonstante in Richtung höhere Werte verschiebt.

Auch bei der Arraykonfiguration Pt-E passt der gemessene Wert nicht zum Istwert. Bezogen auf den Istwert ist die gemessene Federkonstante größer. Auch hier könnte durch eine unvollständige Polymerauflösung, die in Abbildung 4-16 zu sehen ist, es zu einer unvollständigen Polymerauflösung im Inneren des Arrays gekommen sein, wodurch das mechanische Verhalten der Arrays beeinflusst wird.

Für die Konfiguration Pt-F passen die Vorhersagen nicht zu den gemessenen Federkonstanten. Beim Betrachten der REM-Bilder von Pt-F (Abbildung 4-17) fällt auf, dass die Drahtanzahl deutlich geringer als die erwartete Drahtzahl ist, was hier die große Abweichung erklären lässt und dadurch eine deutlich kleinere gemessene Federkonstante bewirkt. Die kleinere Drahtanzahl kann durch den Freilegungsprozess oder ein ungleichmäßiges Wachsen der Drähte als Ursache haben. Drähte könnten abgebrochen, gar nicht oder unvollständig gewachsen sein.

Der Vergleich der Werte zeigt, dass das analytische Modell eine sehr starke Vereinfachung der Bedingungen darstellt. Allgemein kann zusätzlich zum oben genannten die synthesebedingte Durchmesser- und Drahtanzahlverteilung der Drähte durch den Ätz- und Galvanikprozess zu einer Abweichung der gemessenen und berechneten Werte führen. Trotzdem ist eine annähernde Vorhersage der Federkonstanten für viele Konfigurationen möglich.

Für spätere Synthesen helfen die folgenden Graphen (Abbildung 5-44, Abbildung 5-45, Abbildung 5-46). In einer doppel-logarithmischen Auftragung sind in Abbildung 5-44 die berechneten Federkonstanten mit Fehlerschranken der Istwerte der Platin-Drahtarraykonfiguration Pt-A, Pt-B, Pt-C und Pt-D gegen den Drahtdurchmesser aufgetragen, in Abbildung 5-45 die von Konfiguration Pt-E und in Abbildung 5-46 die von Pt-F. Zusätzlich beinhalten die Abbildungen die erwarteten Zielwerte der Federkonstanten inklusive der

Fehlertoleranzen für bestimmte Arrays (Durchmesser der Arraygrundfläche von 50 μm , Drahtlänge von 30 μm , 100 μm bzw. 10 μm) mit einem Drahtdurchmesser von 50 nm bis 700 nm und einer Drahtflächendichte von 10^6 cm^{-2} bis 10^9 cm^{-2} . Die berechneten Werte liegen dabei auf einer Geraden. Diese Graphen können dazu verwendet werden, die Gestalt und Größe von einem Array herauszufinden, die eine bestimmte Federkonstante aufweisen soll oder umgekehrt kann abgelesen werden welche Gestalt und Größe Arrays besitzen können, die eine bestimmte Federkonstante besitzen.

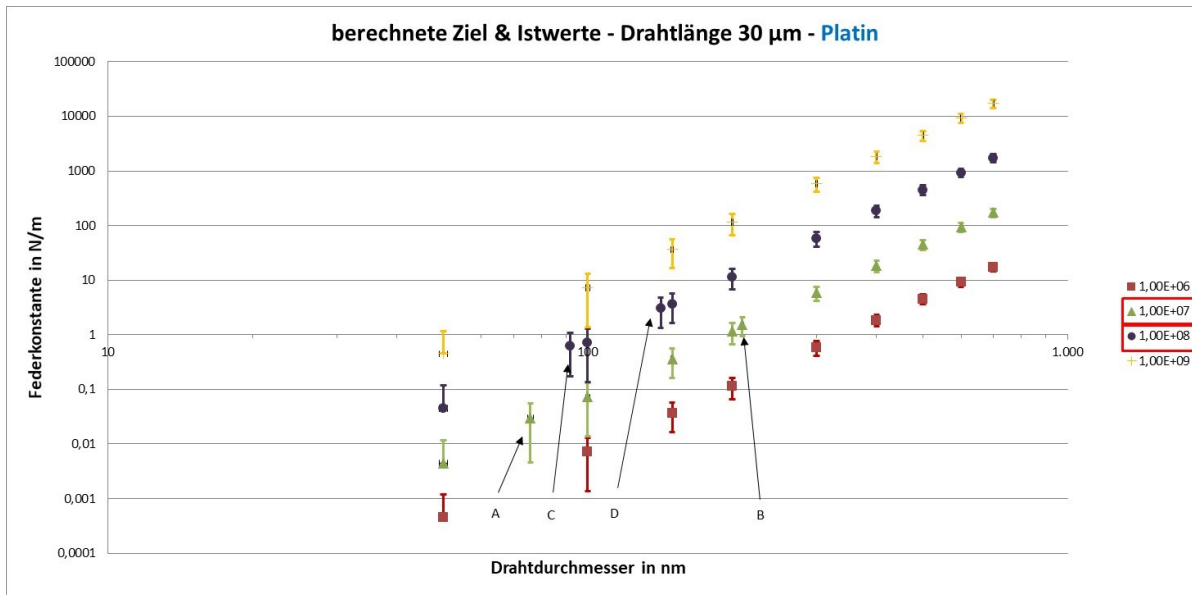


Abbildung 5-44: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 μm und einer Drahtlänge von 30 μm .

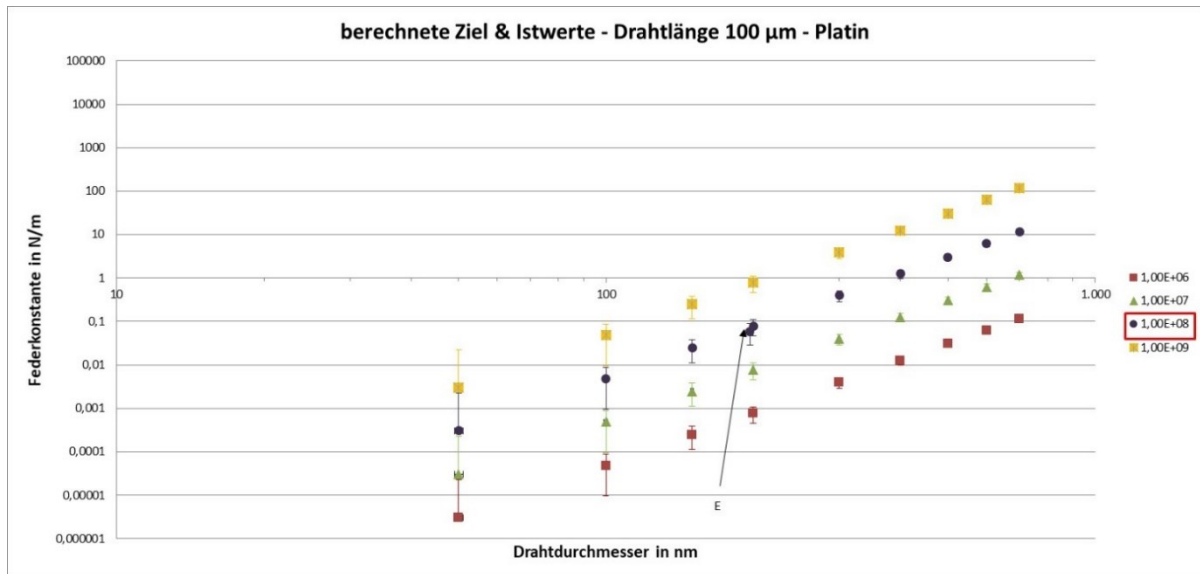


Abbildung 5-45: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 µm und einer Drahtlänge von 100 µm.

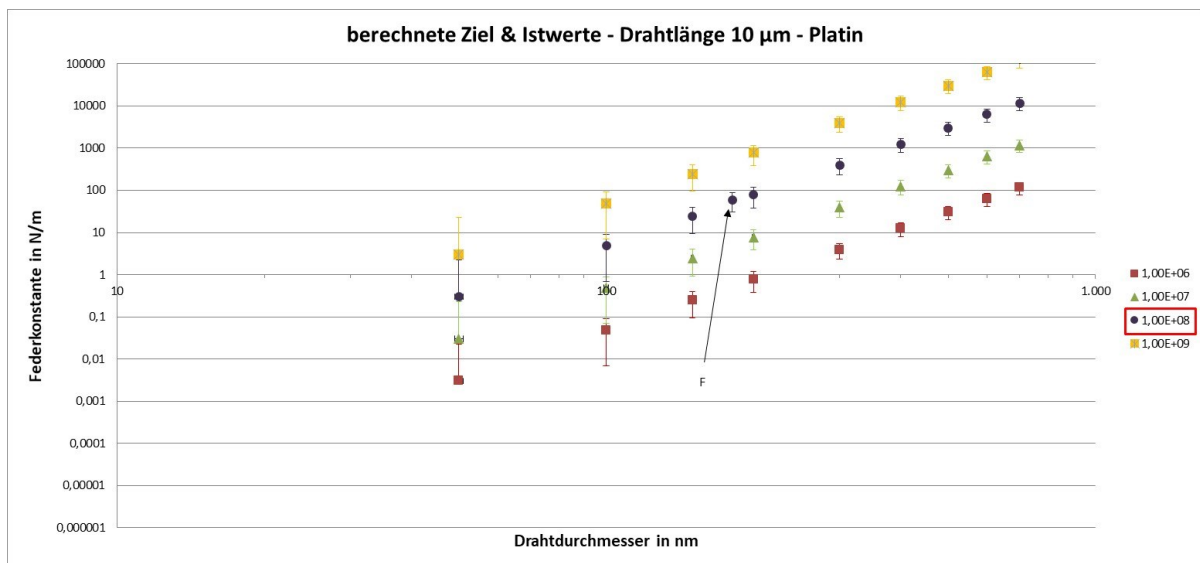


Abbildung 5-46: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 µm und einer Drahtlänge von 10 µm.

Im folgenden Abschnitt wird auf den Vergleich der gemessenen und der berechneten Federkonstanten der Nickel-Eisen-Drahtarrays näher eingegangen.

Tabelle 5-9: Die für die Untersuchung des mechanischen Verhaltens ausgewählten Nickel-Eisen-Drahtarrays mit den jeweiligen geometrischen Ist-Eigenschaften (grün) und der nach Gleichung 2-12 berechneten Zielwerten inklusive Toleranzbereichen. Der E-Modul für Nickel-Eisen wird mit 200 GPa als konstant angesehen.

	Drähte			Arrays	
Probe	Länge l	Durchmesser $d_D=2r_D$	Flächendichte ϕ	Durchmesser $d_A=2r_A$	Federkonstante berechnet D_A
	Zielwert ZW ± 1	Zielwert ZW ± 20	Zielwert ZW $\pm 10^5$	Zielwert ZW ± 2	Zielwert ZW (Toleranz ZW)
	Ist in μm	Ist in nm	Ist in cm^{-2}	Ist in μm	Ist (Toleranz Ist) gemessen (min-max) in N/m
NF-A	30	100	10^7	50	0,0857 ($\pm 0,0694$)
	30	75	10^7	46	0,0229 ($\pm 0,0291$) 0,29 (-0,13/+0,10)
NF-B	30	200	10^7	50	1,3708 ($\pm 0,5757$)
	30	162	10^7	46	0,4994 ($\pm 0,3010$) 1,2 ($\pm 0,3$)
NF-C	30	100	10^8	50	0,8567 ($\pm 0,6941$)
	30	77	10^8	45	0,2439 ($\pm 0,3153$) 1,1 ($\pm 0,3$)
NF-D	30	200	10^8	50	13,7078 ($\pm 5,7573$)
	30	151	10^8	54	5,1952 ($\pm 2,4277$) 4,2 (-1,4/+0,8)

Auch bei den Nickel-Eisen-Drahtarrays ist der gemessene Wert der Federkonstante der Konfiguration NF-A größer als der berechnete Istwert. Der höhere gemessene Wert könnte dadurch erklärt werden, dass die Kappen der Arrays größer sind, was in den REM-Aufnahmen (Abbildung 4-18) zu sehen ist und die Arrays dadurch unflexibler werden als erwartet.

Die gemessene Federkonstante der Konfiguration NF-B ist höher als die theoretisch berechnete. Die gemessene Federkonstante passt mehr zu den Zielwerten. Das gleiche Verhalten ist bei NF-C zu beobachten. Hier könnte das Überstehen der Kappen über der eigentlichen Fläche, auf der die Drähte stehen (Abbildung 4-19 und Abbildung 4-20), einen starken Einfluss auf die Federkonstante ergeben, sodass die theoretische Vorhersage nicht zutrifft.

Die Arraykonfiguration NF-D passt gut mit den Istwerten zusammen, wodurch herausgelesen werden kann, dass die tatsächliche Gestalt und Größe gut erhalten ist.

Auch für diese vier Konfigurationen ist analog zum Platin die theoretische Federkonstante in Abhängigkeit des Drahtdurchmessers und der Drahtflächendichte in Abbildung 5-47 gezeigt.

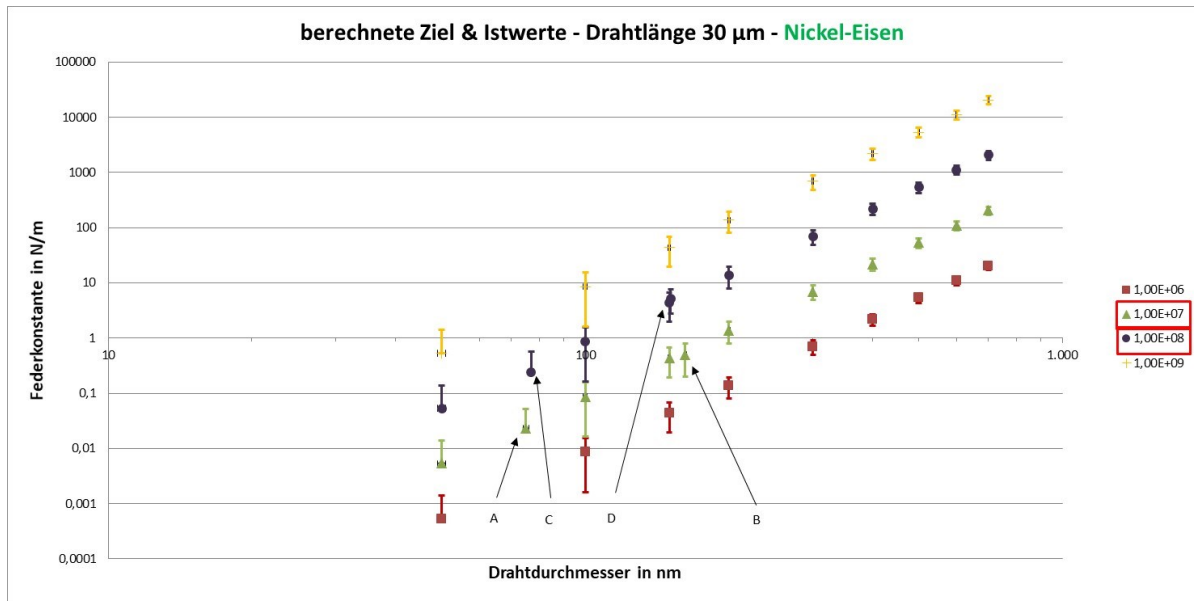


Abbildung 5-47: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von **Nickel-Eisen**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 µm und einer Drahtlänge von 30 µm.

Der Vergleich zwischen den berechneten und gemessenen Werten zeigt, dass eine allgemeine Vorhersage getroffen werden kann, wie z. B., je dicker und kürzer die Drähte sind und je höher die Drahtanzahl ist, desto höher ist die Federkonstante bzw. desto unflexibler ist das Array. Dieser Sachverhalt wurde bereits in den Diskussionsteilen der gemessenen Arrays ausführlich beschrieben. Beim Vergleich der Absolutwerte zeigt sich die Problematik, dass es sich um ein sehr vereinfachtes analytisches Modell handelt. Die Unbestimmtheit über die genauen geometrischen Eigenschaften der Arrays, wie die Durchmesser- und Drahtverteilung der Drähte, die Anzahl der Drähte, die mit der Kappe verbunden sind, fließen als mögliche Fehlerquellen in die Gleichung mit ein und führen zu den starken Abweichungen vom gemessenen Wert.

Ein Beispiel soll die Problematik deutlich machen: Das Platin-Drahtarray Pt-E sollte genau die gleiche Drahtflächendichte aufweisen wie Pt-F. Entsprechend würde sich die Federkonstante des Arrays Pt-E mit einer zehnfach kleineren Drahtlänge um einen Faktor 1000 vom Array Pt-F unterscheiden ($\sim \frac{1}{l^3}$). Beim Betrachten der REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 5-16) jedoch fällt auf, dass, aufgrund der Herstellungsbedingungen, Pt-F weniger Drähte besitzt als Pt-E. Daraus folgt, dass die theoretische Federkonstante mit der gemessenen Federkonstanten bei Pt-E nahezu übereinstimmt; das Array Pt-F jedoch deutlich flexibler als erwartet ist.

Allgemeine Fehlerquellen, die das mechanische Verhalten beeinflussen und damit eine genaue Vorhersage der Werte mit dem einfachen analytischen Modell schwierig machen, sind im nachfolgenden Abschnitt erläutert.

5.4.3. Einfluss der Ionenspur-Templatmethode

Bei dem Syntheseprozess gibt es einige Fehlerquellen. Auf die wichtigsten wird im folgenden Abschnitt eingegangen. Alle Fehler in der Summe beeinflussen das mechanische Verhalten der Arrays, vor allem beim Vergleich der theoretischen mit den gemessenen Werten der Federkonstanten können dadurch die zum Teil deutlichen Unterschiede der Federkonstanten erklärt werden.

Die gewünschten Eigenschaften der Arrays können nicht vollständig eingestellt werden, da der Syntheseprozess von sehr vielen Faktoren abhängt und die Idealbedingungen für perfekte Arrays nicht gegeben sind. Über einen PC werden bei der Ionenbestrahlung Werte für den Flux und die Bestrahlungsdauer eingestellt. Daraus ergibt sich die Fluenz, also die Anzahl der Ionen, die auf einer definierten Fläche auf das Polymer treffen. Es wird dabei vorausgesetzt, dass der Strahl horizontal auf die Probe trifft und eine Energie von 11,4 MeV pro Nukleon auf das Polymer überträgt, um es mit einer maximalen Dicke von 120 μm zu durchqueren und latente Ionenspuren zu erzeugen. Da dies vorausgesetzt wird und nicht überprüft werden kann, ergeben sich hier die ersten Fehlerquellen, was die Parallelität und Anzahl der Drähte betrifft, da der Strahl selbst eine Schwankung von Energie und Richtung aufweist und die Ionenspuren stochastisch verteilt sind. Eine leichte Ablenkung des Strahls, sei es lokal oder global könnte dafür sorgen, dass nicht alle latenten Ionenspuren komplett im Templatmaterial generiert werden. Lokale Dickenunterschiede im Polymer können zu einer nicht idealen Drahtausbildung führen. Beim Übereinanderlegen der Folien (z. B. $4 \times 30 \mu\text{m}$) entstehen möglicherweise auch kleinste Luftspalten oder das Polymer liegt „gewellt“ übereinander; auch das wird die Strahlrichtung und die Erzeugung der latenten Ionenspuren beeinflussen.

Eine weitere Fehlerquelle kommt bei der Maskenbestrahlung hinzu. Die Maske selbst ist nicht perfekt und kann lokale Dickenunterschiede oder sogar Wölbungen besitzen, wodurch auch an nicht gewünschten Stellen Drähte wachsen oder an gewollten Stellen keine wachsen, da hier die Maske zu dünn oder zu dick ist. Auch ist nicht bekannt, ob sich das Maskenmaterial (vor allem der verwendete Stahl) bei der Bestrahlung verändert oder sich gar durch thermische Belastung verformt. Dies würde auf der dahinter liegenden Polymerfolie zu Artefakten führen. Auch die Masken selbst weisen kleinere Mängel, wie nicht perfekt ausgeprägte Lochformen auf.

Der anschließende Prozess zur Kanalaufweitung ist von der Konzentration der Natronlauge, der Temperatur und der Konvektion der Lösung abhängig. Diese Fehlerquellen werden durch ein genaues Einstellen der Molarität, der Temperatur und durch ständiges Rühren weitestgehend ausgeschlossen. Schmutz, der trotz Reinigung auf der Oberfläche haften bleibt, verhindert eine Benetzung der Oberfläche mit Natronlauge und dadurch lokal eine Aufweitung der Kanäle. Die

sofortige anschließende Reinigung der Template in Reinstwasser¹² verhindert eine unerwünschte Aufweitung der Kanäle. Daraus folgt, dass zwar die aufgeweiteten Kanäle den Soll-Durchmesser erreichen, aber nicht alle latenten Ionenspuren zu Kanälen aufgeweitet sein müssen.

Bei der Elektrodeposition könnte eine nicht ideal geschlossene kathodische Startschicht der Grund für ein ungleichmäßiges Wachstum sein. Hier ist es denkbar, dass einzelne Kanäle nicht auf einer Ebene geschlossen sind. Die Drahtlänge der abgeschiedenen Arrays wäre in dem Fall minimal unterschiedlich. Für ein gleichmäßiges Wachstum muss der Elektrolyt das Kanalinnere möglichst flächendeckend benetzen und auch bei der Abscheidung durch Diffusion immer wieder „frisch“ mit Ionen angereichert an die Oberfläche gelangen. Das ist nur möglich, wenn die Kanäle ideal zylindrisch ausgeprägt sind. Verschmutzungen und Luft innerhalb des Kanals behindern die Diffusion der Ionen in den Kanälen. Das Benetzungsproblem wird weitgehend gelöst, indem der Elektrolyt eine Zeitlang mit der Templatfolie in Kontakt steht. Damit wird auch das thermodynamische Gleichgewicht eingestellt, bevor die Abscheidung beginnt. Lokale Konzentrationsunterschiede im Elektrolyten selbst können ebenfalls die Diffusion der Ionen beeinflussen. Eine weitere Fehlerquelle bringt der Potentiostat, der aufgrund seiner Anzeigetoleranz der Pulshöhe und Dauer fehlerbehaftet ist. Dies scheint jedoch auf die Ausbeute an intakten Arrays keinen Einfluss zu haben.

Bei der Templatauflösung wird davon ausgegangen, dass das gesamte Polymer entfernt würde. Im äußeren Bereich ist das gut zu erkennen. Wie es jedoch im Inneren des Arrays aussieht, ist nicht bekannt. Sollten hier, speziell bei höheren Drahtflächendichten noch Polymerreste zu finden sein, weil das Plasma das „Innere“ nicht erreicht hat und dort wohlmöglich einzelne Drähte noch im Kontakt miteinander stehen, müsste das Array als Block gesehen werden und nicht mehr als Ansammlung einzelner Drähte, wodurch hier ein ganz anderes mechanisches Verhalten zu erwarten wäre.

Insgesamt betrachtet sind die oben genannten Fehlerquellen vorhanden, spielen höchst wahrscheinlich aber keine große Rolle. Die möglichen Abweichungen der Drahtlänge von $\pm 1 \mu\text{m}$, des Drahtdurchmessers von $\pm 20 \text{ nm}$ und der Drahtflächendichte von $\pm 10000 \text{ cm}^{-2}$ Drähten müssen bei der Synthese der Arrays in Kauf genommen werden, da die Polycarbonatfolie eine Herstellertoleranz (unterschiedlich dicht und dick) aufweist, die Abmessung der Drähte im Allgemeinen einer Verteilung unterliegt, die Ionenspuren stochastisch verteilt sind und die Draht- bzw. Kanalanzahl nicht genau bestimmt werden kann.

Obwohl eine Vielzahl an Einflussfaktoren auf das mechanische Verhalten der Arrays einwirken, sei es die ungenaue und teilweise ungewisse Bestimmung der Gestalt und Größe oder

Fehlerquellen, die bei der Bestrahlung des Templots, bei der Abscheidung oder der Freilegung der Arrays auftreten, können trotzdem Arrays hergestellt und die gemessenen Federkonstanten miteinander sinnvoll verglichen werden.

5.4.4. Technische Einflussfaktoren am Messplatz

Für eine Gesamtbeurteilung zur Messung des mechanischen Verhaltens und der Eignung des Messplatzes zur Bestimmung der Federkonstanten von NDAs und SDAs wurden weitere Experimente am Messplatz durchgeführt, um technische Faktoren zu bewerten, die die Messergebnisse beeinflussen könnten. Der folgende Abschnitt geht auf die Ergebnisse dieser Experimente ein und beschreibt die theoretischen Überlegungen zu den einzelnen Einflussfaktoren:

- (a) Der Angriffspunkt der Kraft in der Höhe kann nicht genau aus dem Live-Mikroskopbild bestimmt werden (*vertikaler Angriffspunkt* der Kraft). Ist er zu hoch oder zu tief, kann es zu einer ungleichmäßigen Krafteinleitung kommen und damit zu falschen Messergebnissen.
- (b) Der Angriffspunkt der Kraft genau entlang der Symmetrieachse kann aus dem Live-Mikroskopbild nicht genau eingestellt werden (*horizontaler Angriffspunkt* der Kraft). Bei einer Krafteinleitung an einer anderen Stelle kann es zu einer Torsion des Arrays kommen, die den Messwert ebenfalls verfälschen kann. Dass dieser Effekt einen großen Einfluss auf das mechanische Verhalten der Arrays hat, zeigt „Video B1“ im technischen Anhang TA-V. Hier wurde bei der Messung absichtlich die Symmetrieachse verfehlt, um den Einflussfaktor zu veranschaulichen.
- (c) Es kann zur *Adhäsion* der Messspitze an der Kappe des Arrays kommen. Ein zusätzlicher, unerwünschter Kraftimpuls entgegen der Anregungsrichtung könnte dadurch auf das Array übertragen werden, welcher im schlimmsten Fall das Array beschädigt. Die Adhäsion kann durch Reibungskräfte oder elektrostatische Kräfte entstehen. Eine magnetische Wechselwirkung als Grund für eine mögliche Adhäsion ist ausgeschlossen, da es sich um eine Siliziummessspitze handelt. „Video B2“ im technischen Anhang TA-V zeigt beispielhaft die Adhäsion.
- (d) Wie in den REM-Bildern in den Unterkapiteln 4.2 und 4.4 zu sehen, sind die *Kappen* teilweise nicht gleichmäßig ausgeprägt. Vor allem die zum Teil stark ausgeprägten Auswüchse können je nach horizontalem und vertikalem Krafteinleitungspunkt zum Abrutschen der Messspitze führen und das Messergebnis beeinflussen. Zudem kann es

zum Abbrechen der Kappe kommen, wenn diese nicht gleichmäßig, halbkugelförmig ausgeprägt ist oder nicht alle Drähte mit der Kappe verbunden sind. Ein solches Abbrechen der Kappe zeigen „Video C“ und „Video D“ im technischen Anhang TA-V.

- (e) Die *Geschwindigkeit* der Krafteinleitung hat einen Einfluss auf die Federkonstante, da die Arrays unterschiedlich reagieren, wenn sie schnell bzw. langsam angeregt werden. „Video E“ und „Video F“ im technischen Anhang TA-V zeigen den Einfluss der Geschwindigkeit auf die Torsion des Arrays. Die oben gezeigten Messergebnisse der Arrays wurden alle mit der gleichen Messgeschwindigkeit durchgeführt und sind in diesem Punkt miteinander vergleichbar.
- (f) Messsensor
 - (a) Der *Kraftfehler* des Messsensors beträgt 80 nN.
 - (b) Der *Positionsfehler* des Messsensors beträgt 1 nm.→ Beide Fehler führen zu einer Parallelverschiebung der Messkurve und beeinflussen daher die Steigung der Kraft-Weg-Kurve und damit die Federkonstante nicht.
- (g) *Veränderung des Arrays während der Messungen*: „Video F“ im technischen Anhang TA-V zeigt, dass sich ein Array während der Messung verändern kann. Im Extremfall fällt die Kappe ab. Aber es können auch vereinzelt Drähte abbrechen und somit die Gesamtstabilität beeinträchtigen. Trotzdem wird eine nicht-repräsentative Kraft-Weg-Kurve aufgenommen.
- (h) *Messzeit*: Zum besseren Verständnis, welchen Einfluss die Messzeit auf die Messergebnisse hat und welche relative Standardabweichung gilt, wenn die Kraft für eine längere Zeit als 200 ms gemessen wird, folgendes Beispiel: Die Messzeit wurde verzehnfacht, wodurch 40 Messwerte pro Auslenkung zur Verfügung standen. Die höchste relative Standardabweichung innerhalb einer Messung betrug für die gemessene Kraft maximal 4,4 % für die entlastende Auslenkung bei 300 nm. Für die gemessene Position lag die höchste relative Standardabweichung bei maximal 0,5 %, aufgenommen bei der belastenden Auslenkung bei 100 nm. Das bedeutet, dass z. B. bei einer anliegenden Kraft von 300 nN die Messunsicherheit ± 15 nN beträgt. Bei der Position ergibt sich z. B., dass bei einer Auslenkung von 300 nm die Messunsicherheit bei $\pm 1,5$ nm lag. Die Messwerte dieses Verhaltens sind im technischen Anhang TA-I aufgeführt. Die Werte zeigen, dass die Messzeit keinen großen Einfluss auf die Federkonstante haben wird, da die Federkonstante des im Beispiel gezeigten Arrays

(NF-D-4) des betreffenden Wertes im ähnlichen Bereich liegt wie die anderen Arrays bei der kürzeren Messzeit (siehe Abbildung 5-34).

- (i) Die in Tabelle 5-8 und Tabelle 5-9 zusammengefassten Ergebnisse sind auf unterschiedliche Nachkommastellen gerundet. Der Grund hierfür ist die Betrachtung des Verhaltens des Kraftsensors bei der Messung einer starren Probe, die Federkonstanten im Bereich zwischen 6,02 und 6,36 N/m aufweisen. Werden die gemessenen Werte um alle Faktoren korrigiert, so ergibt sich bei den ganz flexiblen Arrays (Federkonstante $< 1,1$ N/m) eine Genauigkeit auf die dritte Nachkommastelle, bei den unflexibleren eine Genauigkeit auf die erste Nachkommastelle. Die Einzelwerte dahinter sind im technischen Anhang TA-E zu finden.

5.4.5. Überprüfung der Eignung der Arrays zum Einsatz im Beschleunigungssensor

Nach Gleichung 2-14 ergeben sich die folgende Werte bei den in Tabelle 5-10 angenommenen Parametern. Vorausgesetzt wird eine ideal halbkugelförmige Kappe, die mit der isolierenden Schicht galvanisiert wurde und vollständig isolierend wirkt. Die Berechnung ergibt, dass bezogen auf die Kapazitätsänderung der ausgewählte Kapazitiv-zu-Digital-Wandler (AD7745/AD7746 [195]) eingesetzt werden kann, um die Kapazitätsänderung zu detektieren, da die Differenz einen Wert von größer als 20 fF annimmt. Im Detail bedeutet das, dass eine Kapazitätsänderung von ca. 65 fF/g erwartet wird. Bezogen auf die Auflösung von 4 aF des Sensors ergibt sich daraus eine Auflösung von ca. 1/16g. Die Genauigkeit des Wandler beträgt 4 fF.

Tabelle 5-10: Die für die Berechnung der Kapazitätsänderung nach Abbildung 2-9 angenommenen Werte zur Berechnung nach Gleichung 2-14.

Parameter/Größe	Wert
Dielektrizitätskonstante ϵ_0 in $\frac{\text{A s}}{\text{V m}}$	$8,854 \cdot 10^{-12}$
Permittivität der isolierenden Schicht (Siliziumdioxid) ϵ_{r1}	3,9
Dicke der isolierenden Schicht d_1 in nm	500
Permittivität von Luft ϵ_{r2}	1
Dicke des Luftspalts d_1 in μm	2
Drahtlänge l in μm	30
Kappenradius r_A in μm	25
Kapazität (nicht ausgelenkt) $C_{\text{links},0}/C_{\text{rechts},0}$ in fF	4,084
Kapazität (voll ausgelenkt) C_{links} in fF	2,106
Kapazität (voll ausgelenkt) C_{rechts} in fF	67,801

Nachdem gezeigt wurde, dass die ausgewählte elektronische Messschaltung ausreicht, um die Kapazitätsänderung der 50 μm großen Arrays zu detektieren, kann aus den folgenden drei Graphen herausgelesen werden, welche Arrays für den Einsatz als Feder-Masse-Element im Beschleunigungssensor in Bezug auf die Auslenkung geeignet sind. Die Berechnungen nach Gleichung 2-15 erfolgten beispielhaft nur für Platin-Drahtarrays und sind für die Platin-Drahtarrays mit einer Arraygrundfläche von 50 μm und einer Drahtlänge von 30 μm gegen Drahtdurchmesser von 50-700 nm und Drahtflächendichten von 10^6 bis 10^9 cm^{-2} aufgetragen. Die Berechnungen wurden für Beschleunigungen von 1g, 10g und 50g durchgeführt. Alle Details zu den Berechnungen befinden sich im technischen Anhang TA-H.

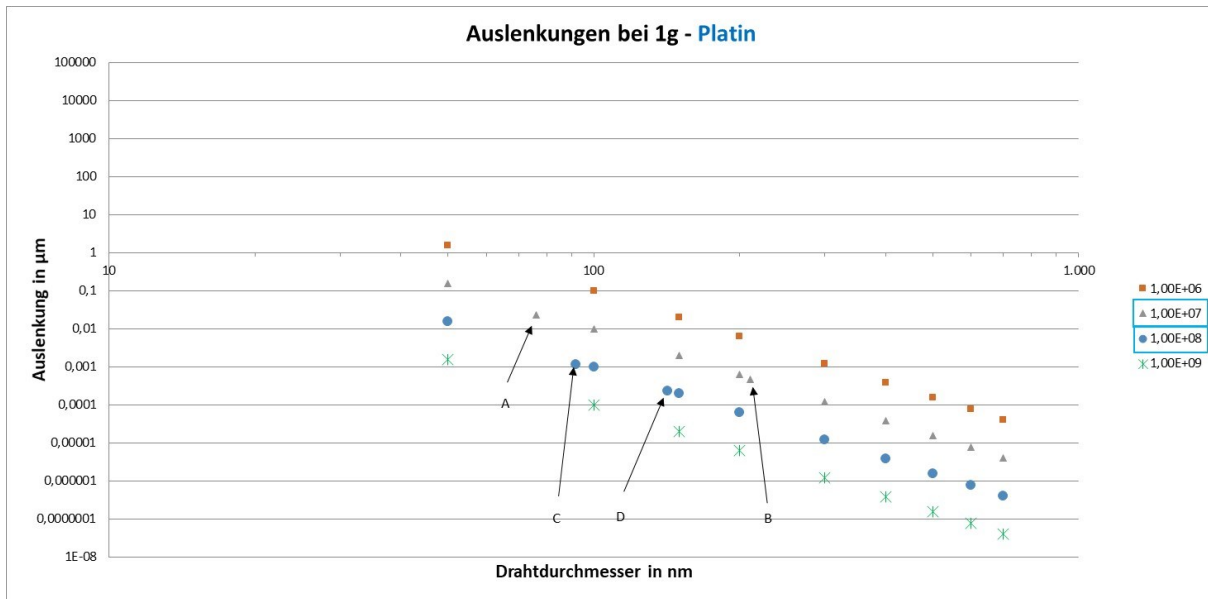


Abbildung 5-48: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Beschleunigung von 1g .

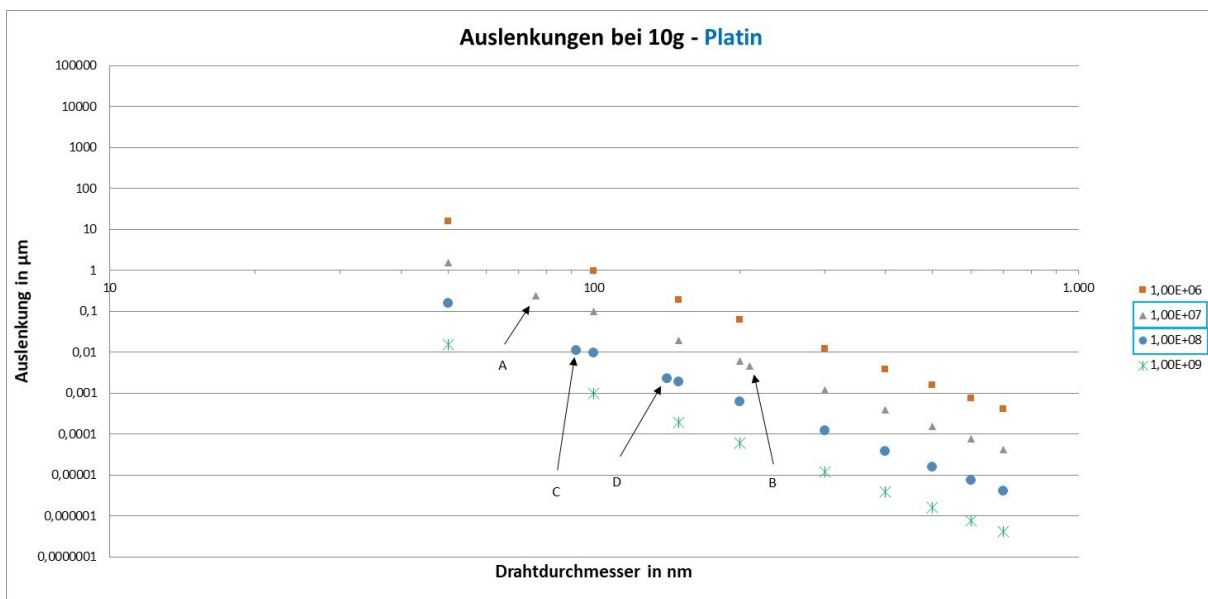


Abbildung 5-49: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Beschleunigung von 10g .

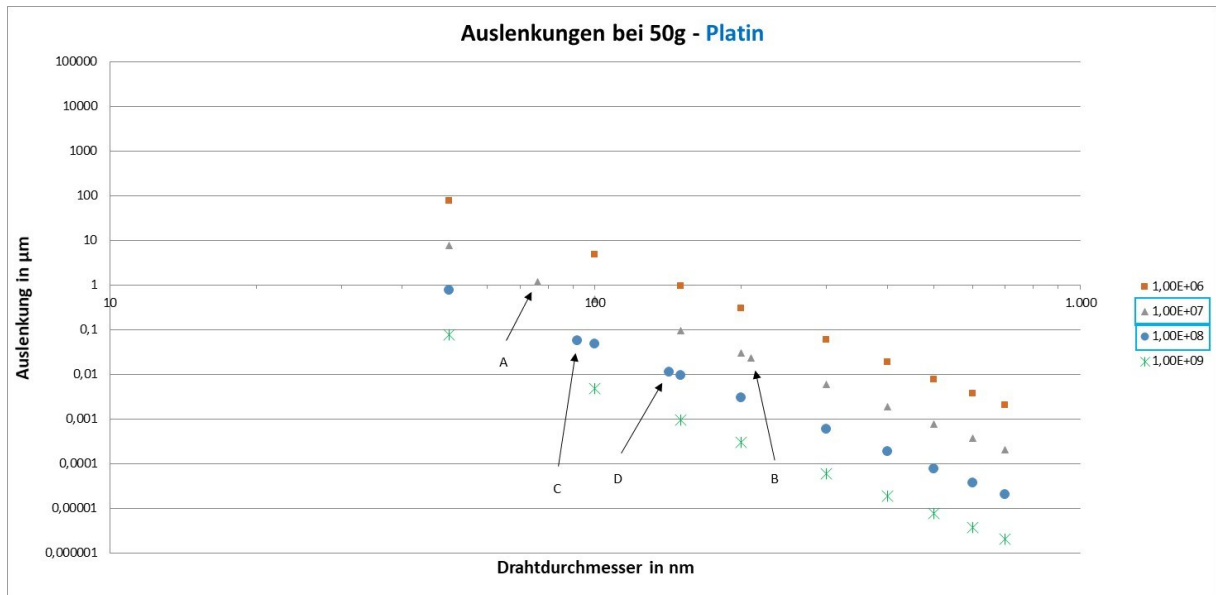


Abbildung 5-50: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von **Platin**-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 µm und einer Drahtlänge von 30 µm bei einer Beschleunigung von 50g.

Die graphischen Auftragungen zeigen, dass Arrays mit einer Arraygrundfläche von 50 µm und einer Drahtlänge von 30 µm potentiell für den Einsatz im Beschleunigungssensor geeignet sind. Ein paar spezielle Beispiele sind im Folgenden genannt: Eine Detektion von 1g ist mit den Arrays im angegebenen Bereich nicht möglich. Die kleinste Drahtflächendichte von 10^6 cm^{-2} und einem Drahtdurchmesser von 50 nm bewirkt eine Auslenkung von ca. 1,5 µm. Mehr Optionen gibt es bei der Detektion von Beschleunigungen von 10g durch Variation der Drahtflächendichte und des Drahtdurchmessers. Im Vergleich untereinander ist bei der Detektion von 50g der einstellbare Bereich am größten, um ein geeignetes Array mit ausreichender Auslenkung bei Variation der Drahtflächendichte und des Drahtdurchmessers zu erhalten. Für diese Beschleunigung ist beispielweise die Platin-Drahtarraykonfiguration Pt-A geeignet. Eine weitere Möglichkeit, die Auslenkung der Arrays bei kleinerer Beschleunigung zu erhöhen wäre die Kappe zu vergrößern und damit den Arrayradius oder die Drahtlänge zu erhöhen.

Da die technischen Daten von kommerziellen Beschleunigungssensoren nur schwer recherchierbar sind, wird im Folgenden ein Gedankenexperiment gestartet. Im Vergleich zu kommerziellen Silizium-Beschleunigungssensoren würde der hier vorgestellte neuartige Sensor einen großen Vorteil in der kleineren Größe des Grundfläche bieten. Beispielsweise hat der vergleichbare kommerzielle Beschleunigungssensor BMA255 [210] der Robert Bosch GmbH eine Grundfläche von 2 mm x 2 mm. Für das funktionale Element dürfte etwa die Hälfte des Platzes verwendet werden, entsprechend 1 mm x 1 mm. Dieser Platzbedarf ist größer als der für den hier vorgestellten neuartigen Sensor. Wenn das funktionale Element, das Drahtarray, einen Durchmesser von 50 µm oder für einen größeren Hub einen Durchmesser von 100 µm aufweist

und für die Verbindungstechnik vier $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ Verbindungspads zum Einsatz kämen, wäre die Ausdehnung des Sensors kleiner als $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$. Die Einsatzmöglichkeiten sind dadurch vielseitiger, wenn der verfügbare Platz begrenzt ist.

5.5. Zusammenfassung: Mechanische Charakterisierung von Drahtarrays (Ziel 3)

Abschließend konnte das dritte Ziel, die „**Mechanische Charakterisierung der ausgewählten NDAs und SDAs**“ erreicht werden:

(a) Für eine mechanische Charakterisierung konnte ein Nanokraftmessplatz konzipiert, aufgebaut und erfolgreich getestet werden (siehe Unterkapitel 5.1), damit wurde das „Proof-of-Principle“ der mechanischen Charakterisierung erbracht.

(b) Nach erfolgreichen Vorversuchen konnte an einer systematischen Serie an jeweils drei ausgewählten NDAs und SDAs aus den Materialien Platin und Nickel-Eisen mit gleicher geometrischer Form und Größe der Arraygrundfläche und unterschiedlicher Drahtanzahl, Drahtdurchmesser und Drahtlänge (gleichbleibende Drahtlänge bei Nickel-Eisen) die jeweiligen Federkonstanten durch die Aufnahme von Kraft-Weg-Kurven ermittelt werden (siehe Unterkapitel 5.2 und 5.3).

(c) Ein Vergleich der gemessenen Federkonstanten untereinander konnte Korrelationen mit der Gestalt und Größe der untersuchten Arrays zeigen, nicht aber mit dem Material der Arrays und der Federkonstanten (siehe Unterkapitel 5.2, 5.3 und 5.4.1).

(d) Zudem konnten die theoretischen Federkonstanten den gemessenen Federkonstanten entsprechend über ein analytisches Modell teilweise näherungsweise vorhergesagt werden (siehe Unterkapitel 5.4.2).

(e) Die Ergebnisse zeigen, dass NDAs und SDAs für den Einsatz als Feder-Masse-Elemente im Beschleunigungssensor geeignet sind: Die für den Einsatz im geplanten Beschleunigungssensor geeigneten Arrays besitzen eine kreisförmige Grundfläche mit einem Durchmesser von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$. Diese Arrays können reproduzierbar, stabil hergestellt werden. Die zu erwartende Kapazitätsänderung kann von einer elektronischen Messschaltung detektiert werden. Die zu erwartende Auslenkung bei entsprechender Beschleunigung kann durch Anpassung der Gestalt und Größe der Arrays, durch Variation der Drahtflächendichte, des Drahtdurchmessers und des Arraydurchmessers, in einem weiten Bereich eingestellt werden (siehe Unterkapitel 5.4.5).

6. Fazit: Synthese, Charakterisierung und Einsatzmöglichkeit als Feder-Masse-Element von NDAs und SDAs in MEMS

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Synthese, Charakterisierung und Einsatzmöglichkeit als Feder-Masse-Element in MEMS, speziell einem neuartigen Beschleunigungssensor, von NDAs und SDAs studiert und folgende Erkenntnisse konnten gewonnen werden:

(i) Die **Optimierung des Syntheseprozesses** der NDAs und SDAs aus **Platin** erfolgte, so dass die geforderten Qualitätsmerkmale erfüllt wurden: Eine Optimierung der Abscheidebedingungen führte zu einer gleichmäßigen simultanen Abscheidung von einer ausreichenden Anzahl von Arrays. Die simultane Herstellung der Arrays ist relevant, wenn es später um Serienproduktionen der Arrays geht. Außerdem konnte der Freilegungsprozess der Arrays aus dem Templat verbessert werden, so dass die gewünschte Gestalt und Größe der freistehenden Arrays annähernd erhalten blieb. Durch die geeignete Wahl der Lochmaske, der Polymerfoliendicke, der Fluenz und der Ätzzeit bei der Templatherstellung konnten Arrays aus Drähten im Nano- und Submikrometerbereich hergestellt werden, die sich in der geometrischen Form und Größe der Arraygrundfläche, im Drahtdurchmesser, der Drahtlänge und Drahtanzahl unterschieden.

(ii) Der Syntheseprozess der NDAs und SDAs aus **Nickel-Eisen** wurden analog dem von Platin optimiert, so dass auch hier die gleichen Qualitätsmerkmale erfüllt waren.

Nach der erfolgreichen Synthese der Arrays aus Platin und Nickel-Eisen und der Bestimmung ihrer **geometrischen Eigenschaften** konnte eine Auswahl getroffen werden, welche Arrays einer **mechanischen Charakterisierung** unterzogen werden sollten. Beim Betrachten der untersuchten Arraykonfigurationen aus Platin und Nickel-Eisen, bei denen der Drahtdurchmesser, die Drahtanzahl und die Drahtlänge variiert wurde, ergaben sich folgende Erkenntnisse, die aus den in Kapitel 5 vorgestellten Messungen am Nanokraftmessplatz gezogen werden können:

(iii) Das „**Proof-of-Principle**“ des neu entwickelten und aufgebauten **Nanokraftmessplatzes** ist erbracht. Es können sowohl NDAs als auch SDAs aus Platin und Nickel-Eisen, die im Durchmesser gerade einmal so breit sind wie ein menschliches Haar, durch eine externe Kraft angeregt und Kraft-Weg-Kurven aufgenommen werden, um daraus eine Federkonstante zu ermitteln. Die Untersuchungen zeigen, dass mit dem Nanokraftmessplatz das Anfahren einer definierten Position mittels der Mikroskopkamera und der Probenbühne möglich ist. Kraft-Weg-Kurven können definiert, automatisch gemessen und aufgezeichnet werden. Durch die Erweiterung einer vorhandenen Analysesoftware ist die Bedienung vereinfacht und durch die Programmierung eines Makros für Microsoft Excel kann eine schnelle Auswertung der Rohdaten erfolgen.

(iv) Kreisförmige NDAs mit einer Drahtlänge von 30 μm und einem Arraydurchmesser von 50 μm sowohl aus Platin als auch Nickel-Eisen (Pt-A und Pt-C, NF-A und NF-C) sind mit ihrem kleineren

Drahtdurchmesser im Vergleich zu den SDAs mit ähnlicher Drahtanzahl und größerem Drahtdurchmesser (Pt-B und Pt-D, NF-B und NF-D) deutlich flexibler. Flexibel bedeutet an dieser Stelle, dass sie eine geringere Federkonstante aufweisen, d. h.: **je dicker die einzelnen Drähte sind, desto unflexibler sind die Arrays**. Erwartet wurde genau dieses Verhalten (siehe Gleichung 2-12). Dies wurde durch die Messwerte bestätigt. Diese Korrelation kann so auch mit dem analytischen Modell vorhergesagt werden.

(v) Die Arrays mit der geringeren Drahtanzahl (Pt-A und Pt-B, NF-A und NF-B) sind im Vergleich zu den Arrays mit annähernd gleichem Drahtdurchmesser aber einer größeren Drahtanzahl (Pt-C und Pt-D, NF-C und NF-D) deutlich flexibler, d. h.: **je höher die Drahtanzahl, desto unflexibler sind die Arrays**. Dieses Verhalten entspricht den Erwartungen (siehe Gleichung 2-12) und wurde durch die Messergebnisse belegt. Eine Vorhersage dieses Verhaltens mit dem analytischen Modell war erfolgreich.

(vi) NDAs mit längeren (100 μm) oder kürzeren (10 μm) Drähten sind nicht stabil genug, um sie mechanisch zu charakterisieren. SDAs mit einer größeren Drahtlänge sind flexibler als vergleichbare Arrays mit kürzeren Drähten, d. h.: **je länger die Drähte, desto flexibler sind die Arrays**. Dieses Verhalten wurde durch die Messergebnisse bestätigt und entspricht genau den Erwartungen (siehe Gleichung 2-9). Dieser Zusammenhang entspricht der mathematischen Gleichung.

(vii) Der Einfluss des Drahtdurchmessers auf die Federkonstante ist zu vernachlässigen, wenn zwei Arrays mit einer sehr hohen Drahtflächendichte (10^8 cm^{-2}) verglichen werden (z. B. Pt-C mit Pt-D oder NF-C mit NF-D). **Bei kleineren Drahtflächendichten hat der Drahtdurchmesser einen großen Einfluss auf die Federkonstante** (z. B.: Pt-A und Pt-B oder NF-A und NF-B).

(viii) Die Ergebnisse zeigen, dass die **NDAs in den erforderlichen geometrischen Formen und Dimensionen tatsächlich stabil und deutlich flexibler sind als ihre vergleichbaren SDAs**. Erwartet wurde zwar, dass die NDAs flexibler sind, die bemerkenswert große Stabilität nach mehrmaligen Be- und Entlastungen und das quasi-elastische Verhalten, ohne nennenswerte plastische Verformung, übertraf die Erwartungen.

(ix) Der erwartete Einfluss vom E-Modul auf die Federkonstante nach Gleichung 2-9 bzw. Gleichung 2-12 wurde nicht bestätigt. Der Theorie nach sollten sich die Arrays aus dem Material mit einem höheren E-Modul (Nickel-Eisen) unflexibler verhalten als die Platin-Drahtarrays (niedrigerer E-Modul) in ähnlicher Gestalt und Größe. Dieser Zusammenhang ist nicht zu beobachten. Daraus folgt, dass **der Drahtdurchmesser und die Anzahl der Drähte einen wesentlich größeren Einfluss auf die Federkonstante haben als der E-Modul**. Diese Materialkorrelation erlaubt keine Vorhersage über das analytische Modell.

(x) **Es können nur Arrays gemessen werden, deren Federkonstanten kleiner sind, als die des Kraftsensors.** Ist die Federkonstante des Arrays größer, werden Messfehler generiert, so dass die Federkonstanten nicht repräsentativ sind.

(xi) Trotz der vielen Messunsicherheiten beim Bestimmen der exakten Gestalt und Größe der Arrays, sowie der in Unterkapitel 5.4.3 beschriebenen Fehlerquellen bei der Synthese der Arrays und dem Messen der Kraft-Weg-Kurven (siehe Unterkapitel 5.4.4) sind **die Ergebnisse reproduzierbar und verwertbar**, weil sich die Messwerte im festgelegten Rahmen erkennbar den Erwartungen gemäß unterscheiden.

(xii) Die relativen Standardabweichungen innerhalb von zehn Messungen sind bis auf drei Ausnahmen (Pt-C-1, Pt-D-1 und Pt-E-3) deutlich unter 10 %, woraus geschlossen werden kann, dass sich die Arrays in ihren mechanischen Eigenschaften kaum verändern, wenn sie durch mehrmalige Be- und Entlastungen bewegt werden. Eine solche Veränderung wäre z. B. eine irreversible Verformung oder eine nennenswerte Anzahl von einzelnen Drähten, die während der Bewegung abbrechen. Das sind **erste Erkenntnisse zur Langzeitstabilität der Arrays**, die möglicherweise für den Einsatz in einem neuartigen Beschleunigungssensor relevant sind. Zum anderen zeigen die kleinen relativen Standardabweichungen die **Reproduzierbarkeit der Messwerte am neuen Nanokraftmessplatz**.

(xiii) Die Ergebnisse zeigen, dass Arrays mit unterschiedlichen geometrischen Eigenschaften unterschiedliche Federkonstanten aufweisen. **Die Arrays sind also mechanisch adaptierbar.** Umgekehrt kann dieses durch Messungen bestätigte Wissen auch dafür genutzt werden, um ein Array mit einer bestimmten Federkonstanten herzustellen, die auf bestimmte geometrische Eigenschaften zurückzuführen ist. **Dieses Wissen legt einen wesentlichen Grundstein, um einen neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensor bauen zu können, in dem das Drahtarray als funktionales Feder-Masse-Element integriert ist.**

(xiv) NDAs aus Platin und Nickel-Eisen mit einem Arraydurchmesser von 50 μm und einer Drahtlänge von 30 μm sind geeignet für den Einsatz als Feder-Masse-Elemente in den **neuartigen Beschleunigungssensoren**, da sie eine bemerkenswerte Flexibilität gegenüber lateralen Biegebelastungen, ausgeprägte Stabilitäten über mehrere Belastungszyklen, potentiell in Serie hergestellt werden können und reproduzierbare Federkonstanten besitzen, die über den Drahtdurchmesser und die Drahtanzahl eingestellt werden können. Zudem können die Kapazitätsänderungen der Arrays mit einer elektronischen Messschaltung detektiert werden und die Auslenkungen der Arrays bei entsprechender Beschleunigung sind in einem verwertbaren Bereich.

7. Ausblick

Durch die Optimierung der Synthese der Drahtarrays kann eine hohe Anzahl stabiler, freistehender Arrays unterschiedlicher Gestalt und Größe reproduzierbar hergestellt werden. Für die Grundlagenforschung eröffnet sich ein neues Arbeitsfeld, da theoretisch alle Materialien, die elektrochemisch abscheidbar sind, das Potential zur Herstellung mikroskopischer Arrays besitzen. Hierzu zählt z. B. Rhodium mit ähnlichen physikalischen und chemischen Eigenschaften wie Platin und erfolgreich aus einem sauren Elektrolyten abgeschieden werden kann. Gerade wenn es um eine Vor-Ort-Synthese auf vorstrukturierten Wafern geht, können nur saure Medien benutzt werden, da die Strukturen mit einem Lack erzeugt werden, die in einem alkalischen Elektrolyten nicht resistent sind. Auf der magnetischen Seite ist Cobalt denkbar, welches ähnliche herausragende magnetische Eigenschaften besitzt wie Nickel-Eisen. Bei der Freilegung der Arrays mit sehr langen Drähten (100 μm) müssen noch bestimmte Parameter wie Leistung und Zeit des Trockenätzverfahrens optimiert werden, da hier noch keine vollständige Templatauflösung erreicht wurde. Ein weiterer nicht vollständig kontrollierbarer Prozess ist das Kappenwachstum. Hier ist die ideale Form der Kappe eine Halbkugel, die nur bei wenigen Arrays näherungsweise gegeben ist (z. B. NF-C). Die Halbkugelform ist wichtig für eine gleichmäßige Krafteinleitung bei der mechanischen Charakterisierung. Hier könnte das Wachstum durch Änderung der Abscheidebedingungen, beispielsweise durch eine Abscheidung bei konstantem elektrischem Potential, weiter untersucht und optimiert werden.

Mit dem Nanokraftmessplatz können mikroskopische Drahtarrays mechanisch charakterisiert werden. Das ist in dieser Form einzigartig und eröffnet neue Wege zur mechanischen Charakterisierung von mikroskopischen Strukturen. Zum Beispiel könnten Arrays aus anderen Materialien, wie Rhodium oder Cobalt mechanisch charakterisiert und untereinander verglichen werden. Ein interessanter materialwissenschaftlicher Aspekt ist der Einfluss der Kristallstruktur, Textur und Kristallitgröße auf das mechanische Verhalten, was im Rahmen dieser Dissertation nicht berücksichtigt werden konnte. Diese Größen beeinflussen das mechanische Verhalten einzelner ND. Es wäre interessant zu wissen, ob sich die Federkonstanten des Arrays ändert, wenn sich das Gefüge seiner Drähte ändert. Zudem können mit dem Nanokraftmessplatz auch Langzeituntersuchungen an den Arrays durchgeführt werden, um die Lebensdauer bzw. die maximalen Auslenkzyklen zu simulieren. Dies wäre schon ein erster Schritt in Richtung Qualitätskontrolle und Langzeitstabilität der Arrays, was für die Serienanfertigung der Arrays zum Einsatz im neuartigen Beschleunigungssensor relevant wäre.

Die Synthese und die mechanische Charakterisierung der Drahtarrays legen den wesentlichen Grundstein für die Anwendung im Beschleunigungssensor. Um als funktionales Feder-Masse-System zu fungieren, muss das Array eine genau definierte Federkonstante besitzen. Es sollte sich quasi-elastisch im Kraftfeld bewegen können. Ist es zu unflexibel, wird kein Signal im Sensor generiert. Ist es zu flexibel, kann es bei hohen Belastungen abbrechen oder bereits bei geringen Belastungen Fehlsignale liefern. Als finalen Schritt können Prototypen entwickelt werden und anhand derer lassen sich Gestalt und Größe und die Federkonstante in Bezug auf das Messsignal optimieren. Als Richtwert könnte ein Wert unter 1,1 N/m dienen, was der durchschnittlich gemessenen Federkonstanten, der in dieser Dissertation vorgestellten NDAs, entspricht. Die Entwicklung eines Prototyps könnte daher bereits mit den hier erarbeiteten NDAs vorangetrieben werden. Zudem sollten langfristig Alternativen zu Platin in Betracht gezogen werden, um beispielsweise die Drähte des Arrays aus kostengünstigen Materialien herzustellen und nur die Kappen aus einem edlen Metall bzw. einem magnetischen Material abzuscheiden oder die Kappen sogar nur mit einer funktionalen Beschichtung zu überziehen. Ob die hergestellten Nickel-Eisen-Drahtarrays mit einem Nickel/Eisen-Verhältnis von 90/10 Gew.-% für ein magnetisches Signal ausreichen, sollte ebenfalls noch in einem Sensor-Prototyp überprüft werden.

Für eine theoretische Vorhersage des mechanischen Verhaltens von Drahtarrays mit definierter Gestalt und Größe wurde ein einfaches analytisches Modell erstellt. Dies sollte anhand detaillierterer Bedingungen weiter angepasst werden, um eine höhere Genauigkeit zu erzielen. Eine genauere Vorhersage könnte zudem getroffen werden, wenn exakt nachvollzogen werden könnte, welches Array tatsächlich analysiert wurde. Ideal dafür wäre eine im REM verbaute Messeinheit. Da die Qualität des untersuchten Arrays eine entscheidende Rolle spielt, sollte zum Beispiel mithilfe einer zerstörungsfreien Computertomographie-Analyse die genaue Drahtanzahl, der genaue Drahtdurchmesser und die genaue Drahtlänge bestimmt werden, am besten von jedem einzelnen Draht. Die gemessenen Federkonstanten verschiedener Arrays könnten dann aussagekräftiger untereinander und mit dem Modell verglichen werden.

Anhang

Geräte-, Software- Chemikalien- und Einheitenverzeichnis

¹SRIM - The Stopping and Range of Ions in Matter: Software zur Ermittlung der freien Weglänge von beliebigen Ionen unterschiedlicher Energien in beliebiger Materie über den Energieverlust; Entwickler: James F. Ziegler, Download: <http://www.srim.org/> am 13.09.2019

²Linearantriebe: Firma SmarAct GmbH, Oldenburg, Deutschland

³Messspitze mit gekoppeltem Kraftsensor: Modell FT-G102, einseitiger Mikrogreifer mit gekoppeltem Kraftsensor, Sensor-Verstärkung (Gain): 49,58 $\mu\text{N/V}$, Größe der Messspitze: 50x50 μm ; Firma FemtoTools AG, Buchs, Schweiz

⁴LabVIEW (Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench): Systementwicklungssoftware für Prüf-, Mess-, Steuerungs- und Regelungsanwendungen; Firma National Instruments, Austin, Texas

⁵Microsoft Visual BASIC for Applications (VBA) ist eine Skriptsprache, die auf Microsoft-Office-Programme in Form von Makros angewendet werden kann (BASIC= Beginner's All-purpose Symbolic Instruction Code); Firma Microsoft, Redmond, Washington

⁶Polycarbonatfolien: Makrofol N®, kommerziell; Bayer AG, Leverkusen, Deutschland

⁷UNILAC (Universal Linear Accelerator): Linearbeschleuniger; GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH (GSI), Darmstadt, Deutschland

⁸CADiLAC Laser GmbH: gepulster HYBRID-Laserbohrer: IR (CO_2)- und UV-Laser, Durchmesser Laserstrahl: 25 μm , Toleranz der Bohrung: $\pm 8 \mu\text{m}$, Positioniergenauigkeit des Lasers: $\pm 25 \mu\text{m}$, Maskenmaterial: Edelstahl, Maskendurchmesser 5 mm, Maskendicke: 50 μm ; Firma CAD industrial lasercutting GmbH, Hilpoltstein, Deutschland

⁹AutoCAD: Software zur Erstellung von 2D- bzw. 3D-Entwürfen, Zeichnungen, Dokumentationen, Modellierungen und Visualisierungen; Firma Autodesk GmbH, San Rafael, Kalifornien

¹⁰Wärme-Wasserpumpe mit Thermostat: Huber MPC mit Mikroprozessor-Temperaturregelung; Firma Peter Huber Kältemaschinen AG, Offenburg, Deutschland

¹¹Natriumhydroxid-Pellets (98 %): Firma Grüssing GmbH, Filsum, Deutschland

¹²MilliQ-Wasser: Reinstwasser mit einem Widerstand von 18,2 MΩcm bei 25°C, hergestellt aus Wasser, welches durch ein Filtersystem der Firma Merck KGaA Millipore geleitet wird

¹³Heizplatte Präzitherm; Firma Harry Gestigkeit GmbH, Düsseldorf, Deutschland

¹⁴Goldsputteranlage: Modell Q300T D; Quorum Technologies, Laughton, Großbritannien

¹⁵Zweikammer-Abscheidezelle: angepasste Form des Zellendesigns, die für die Elektrodeposition der Drähte in [59] beschrieben wird.

¹⁶Cupatierbad (sauer): Elektrolyt auf Basis von CuSO₄ und H₂SO₄

¹⁷Potentiostat: Keithley Modell 2612 Dual-channel System SourceMeter Instrument; Firma Keithley Instruments, Solon, Ohio

¹⁸2-Propanol anhydrous (99,5 %): Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland (früher Sigma-Aldrich)

¹⁹NHE: Normal Hydrogen electrode (deutsch: Normal-Wasserstoff-Elektrode)

²⁰Platinelektrolyt: METAKEM Platin-OH, kommerziell, Platin-Konzentration: 10 g/l, pH-Wert: 13; Firma METAKEM GmbH, Usingen, Deutschland

²¹Platin-Gegenelektrode: 230 mm lang, 0,5 cm Durchmesser; C3 Prozess- und Analysetechnik GmbH, Haar, Deutschland

²²Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode in 3 M Kaliumchlorid-Lösung: Modell: KE11-S, Glasschaft Durchmesser 5 mm, Schaftlänge auf 12 mm gekürzt, kein Einbauschliff; Firma Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, Weilheim, Deutschland

²³Nickel(II)-sulfat-Heptahydrat (99 %): Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland (früher Sigma-Aldrich)

²⁴Nickel(II)-chlorid (98 %): Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland (früher Sigma-Aldrich)

²⁵Eisen(II)-sulfat-Heptahydrat (>98 %): Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland (früher Sigma-Aldrich)

²⁶Borsäure (99,5 %): Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland (früher Sigma-Aldrich)

²⁷Schwefelsäure (95 %) auf 0,1 M verdünnt: Firma Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland

²⁸Dichlormethan (>99,8 %): CH₂Cl₂ - ROTISOLV®; Firma Carl Roth GmbH + Co. KG, Karlsruhe, Deutschland

²⁹Silberleitlack: PELCO® Colloidal Silver Liquid von TED PELLA INC.; Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland

³⁰Kohlenstoffleitkleber: PLANOCARBON; Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland

³¹Plasmasystem R3T STP 2020; Plasmaverascher; Firma MUEGGE GMBH, Reichelsheim, Deutschland

³²sccm: Einheit für den Gasdurchfluss pro Zeit (standard cubic centimeters per minute)

³³Rasterelektronenmikroskopie (REM): hochauflösendes Rasterelektronenmikroskop, Modell XL30-FEG im Fachbereich Material- und Geowissenschaften an der Technischen Universität Darmstadt; Firma FEI/Philips, Hillsboro, Oregon

³⁴cps: Einheit für die Zählrate von Röntgenquanten (counts per second)

³⁵Energiedispersive Röntgenspektrometrie (EDX): SUTW Sapphire Detector, EDAX Genesis; Firma AMETEK, Inc.-EDAX, Berwyn, Pennsylvania

³⁶Nanokraftmessplatz: In Kooperation mit Florian Dassinger aufgebauter Messplatz zur Bestimmung der Nachgiebigkeit einer mikroskopischen Probe, die durch eine extern angelegte Kraft lateral ausgelenkt wird; Institut für elektromechanische Konstruktionen (EMK), Technische Universität Darmstadt, Deutschland

³⁷ImageJ: Programm zur Bildver- und bearbeitung, z. B. zum Messen von Strecken in einem Mikroskopbild, bei dem der Maßstab als Referenz dient; Entwickler: Wayne Rasband

Technischer Anhang

Der technische Anhang ist auf CD-ROM gespeichert. Im technischen Anhang zu finden sind zum einen alle Rohdaten zu den Einzelmessungen der mechanischen Charakterisierung, inklusive graphischer Auftragungen, Videomaterial von ausgewählten Messszenarien am Nanokraftmessplatz, Messunsicherheiten bei der Bestimmung der Federkonstante und das vollständige Skript des Makros zur Auswertung der Kraft-Weg-Kurven. Zum anderen enthält der technische Anhang die CAD-Dateien⁹, die das Design der Bestrahlungsmasken beinhalten, die theoretischen Berechnungen der Federkonstanten und die Einzelmesswerte zur Bestimmung der Drahtdurchmesser.

Kapitel 3_Experimentelles

- TA-A_3.1_Bestrahlungsmasken-AUTOCAD
 - #1_Bestrahlungsmaske-new
 - #2_Bestrahlungsmaske_new
 - Erklärung der Abkürzungen
 - Maske #1
 - Maske #2
- TA-B_3.4_Drahtdurchmessermessungen
 - Drahtdurchmessermessungen mit ImageJ
- TA-C_3.5_Makro
 - Erklärung - Funktion Makro
 - Skript - Makro

Kapitel 5_Mechanische Charakterisierung

- TA-D_5.1_Aluminiumplatte_Kraft-Weg-Kurven_Rohdaten
 - Aluminiumplatte_Kraft-Weg-Kurven_3 M
- TA-E_5.1 & 5.4-ix_Messunsicherheiten 6.02-6.36
 - NF-A-1__EF0432p_01m_Zufsg
 - NF-A-2__EF0432p_02a_Zufsg
 - NF-A-3__EF0432p_03b_Zufsg
 - NF-B-1__EF0412p_01a_Zufsg
 - NF-B-2__EF0412p_02b_Zufsg
 - NF-B-3__EF0412p_03b_Zufsg
 - NF-C-1__EF0532p_01a_Zufsg
 - NF-C-2__EF0532p_02a_Zufsg
 - NF-C-3__EF0532p_03b_Zufsg
 - NF-D-1__EF0512p_05a_Zufsg
 - NF-D-2__EF0512p_06b_Zufsg

- NF-D-3__EF0512p_07a_Zufsg
- Pt-A-1__EF0431p_01a_Zufsg
- Pt-A-2__EF0431p_02b_Zufsg
- Pt-A-3__EF0431p_08a_Zufsg
- Pt-B-1__EF0541p_01c_Zufsg
- Pt-B-2__EF0541p_03m_Zufsg
- Pt-B-3__EF0541p_06a_Zufsg
- Pt-C-1__EF0531p_01b_Zufsg
- Pt-C-2__EF0531p_02b_Zufsg
- Pt-C-3__EF0531p_03d_Zufsg
- Pt-D-1__EF0511p_01d_Zufsg
- Pt-D-2__EF0511p_03b_Zufsg
- Pt-D-3__EF0511p_04d_Zufsg
- Pt-E-1__R0917p_01a_Zufsg
- Pt-E-2__R0917p_02a_Zufsg
- Pt-E-3__R0917p_03a_Zufsg
- Pt-F-1__O0127p_02a_Zufsg
- Pt-F-2__O0127p_03a_Zufsg
- Pt-F-3__O0127p_04m_Zufsg
- TA-F_5.2_Platin-Kraft-Weg-Kurven_Rohdaten
 - Pt-A-1__EF0431p_01a_6,19
 - Pt-A-2__EF0431p_02b_6,19
 - Pt-A-3__EF0431p_08a_6,19
 - Pt-B-1__EF0541p_01c_6,19
 - Pt-B-2__EF0541p_03m_6,19
 - Pt-B-3__EF0541p_06a_6,19
 - Pt-C-1__EF0531p_01b_6,19
 - Pt-C-2__EF0531p_02b_6,19
 - Pt-C-3__EF0531p_03d_6,19
 - Pt-D-1__EF0511p_01d_6,19
 - Pt-D-2__EF0511p_03b_6,19
 - Pt-D-3__EF0511p_04d_6,19
 - Pt-E-1__R0917p_01a_6,19
 - Pt-E-2__R0917p_02a_6,19
 - Pt-E-3__R0917p_03a_6,19
 - Pt-F-1__O0127p_02a_6,19
 - Pt-F-2__O0127p_03a_6,19
 - Pt-F-3__O0127p_04m_6,19
 - Vergleich__PtA+PtB_je 3 Arrays
 - Vergleich__PtC+PtD_je 3 Arrays
 - Vergleich__PtE+PtF_je 3 Arrays
- TA-G_5.3_Nickel Eisen-Kraft-Weg-Kurven_Rohdaten
 - NF-A-1__EF0432p_01m_6,19

- NF-A-2__EF0432p_02a_6,19
- NF-A-3__EF0432p_03b_6,19
- NF-B-1__EF0412p_01a_6,19
- NF-B-2__EF0412p_02b_6,19
- NF-B-3__EF0412p_03b_6,19
- NF-C-1__EF0532p_01a_6,19
- NF-C-2__EF0532p_02a_6,19
- NF-C-3__EF0532p_03b_6,19
- NF-D-1__EF0512p_05a_6,19
- NF-D-2__EF0512p_06b_6,19
- NF-D-3__EF0512p_07a_6,19
- Vergleich__NFA+NFB_je 3 Arrays
- Vergleich__NFC+NFD_je 3 Arrays
- TA-H_5.4_Berechnung Federkonstanten
 - Berechnung Federkonstanten_mit Toleranzrechnung
 - Berechnung Kapaz & Auslenkung Arrays_1g, 10g, 50g
- TA-I_5.4-viii_Messunsicherheiten Kraft und Auslenkung
 - NF-D-4_EF0512p_05g-2000ms_Messunsicherheiten
- TA-J_Kapitel 5_Diagramme-Mechanik mit Standardabweichung

TA-V_Videos

- Video A__3.5&K5.2_16x_repräsentative Messung und Langzeitstabilität_B
- Video B1__5.4.4-b_16x_horizontaler Angriffspunkt & Torsion_A
- Video B2__5.4.4-c_16x_Adhäsion_A
- Video C__5.4.4-d_16x_instabile Kappe_1_C
- Video D__5.4.4-d_16x_instabile Kappe_2_D
- Video E__5.4.4-e_16x_schnell_F
- Video F__5.4.4-e & g_16x_langsam_E

Literaturverzeichnis

- [1] De Rouvre, C.-A., und Scemla, J., "Willkommen in der Nanowelt", Fernsehdokumentation, L. C. d. Taxi-Brousse, Erstausstrahlung: 08.10.2010 auf 3Sat.
- [2] Schlaak, H. F., Schneider, J. J., Pavlidis, D., Küppers, F., Ensinger, W., Trautmann, C., Dassinger, F., Greiner, F., Joshi, R., Yilmazoglu, O., und Hottes, M., "Elektromechanische Sensoren mit eindimensionalen Nanoobjekten", ELEMENT, FKZ 16SV5475, BMBF Abschlussbericht (2013).
- [3] Rauber, M., "Herstellung und Charakterisierung von Edelmetall-Nanodraht-Arrays", Diplomarbeit, Fachbereich Chemie, Philipps-Universität Marburg, Deutschland (2007).
- [4] Rauber, M., Cornelius, T., Ensinger, W., Muller, S., Neumann, R., und Picht, O., "Closed Pt nanowire arrays as nanostructured microreactors for catalysis", *Materials* 24, 352 (2007).
- [5] Rauber, M., "Controlled Synthesis of Nanowire Assemblies by Ion-Track Template Electrodeposition", Dissertation, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2012).
- [6] Maurer, F., Dangwal, A., Lysenkov, D., Müller, G., Toimil-Molares, M. E., Trautmann, C., Brötz, J., und Fuess, H., "Field emission of copper nanowires grown in polymer ion-track membranes", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 245, 1, 337 (2006).
- [7] Maurer, F., Brotz, J., Karim, S., Toimil Molares, M. E., Trautmann, C., und Fuess, H., "Preferred growth orientation of metallic fcc nanowires under direct and alternating electrodeposition conditions", *Nanotechnology* 18, 13, 135709 (2007).
- [8] Cornelius, T. W., Schiedt, B., Severin, D., Pepy, G., Toulemonde, M., Apel, P. Y., Boesecke, P., und Trautmann, C., "Nanopores in track-etched polymer membranes characterized by small-angle x-ray scattering", *Nanotechnology* 21, 15, 155702 (2010).
- [9] Greiner, F., Schlaak, H. F., Tschulena, G., und Korb, W., "Mikro-Nano-Integration - Einsatz von Nanotechnologie in der Mikrosystemtechnik", in: „Schriftenreihe der Aktionslinie Hessen-Nanotech des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung. Wiesbaden: Schriftenreihe der Aktionslinie Hessen-Nanotech des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft, Verkehr und Landesentwicklung“, Bd. 13 (2009).
- [10] Greiner, F., "Mikro-Nano-Integration für metallische Mikrosysteme mit vertikal integrierten Federelementen", Dissertation, Fachbereich Elektrotechnik und Informationstechnik, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2013).
- [11] Quednau, S., "Galvanisch erzeugte Mikro- und Nanodrähte für die Gasflusssensorik", Dissertation, Fachbereich Elektrotechnik und Informationstechnik, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2016).
- [12] Yan, X. M., Kwon, S., Contreras, A. M., Bokor, J., und Somorjai, G. A., "Fabrication of large number density platinum nanowire arrays by size reduction lithography and nanoimprint lithography", *Nano Lett* 5, 4, 745 (2005).
- [13] Yang, M., Qu, F., Lu, Y., He, Y., Shen, G., und Yu, R., "Platinum nanowire nanoelectrode array for the fabrication of biosensors", *Biomaterials* 27, 35, 5944 (2006).
- [14] Nesbitt, N. T., und Naughton, M. J., "A Review: Methods To Fabricate Vertically Oriented Metal Nanowire Arrays", *Industrial & Engineering Chemistry Research* 56, 39, 10949 (2017).
- [15] Rostaie, F., Quednau, S., Dassinger, F., Schlaak, H., Lotz, M., und Wilfert, S., "In-place synthesis of metallic nanowire arrays for the use in an ionization vacuum gauge", auf: 28th International Vacuum Nanoelectronics Conference, Hrsg.: IEEE, in: Guangzhou, China (2015).
- [16] Li, Z., Gao, F., und Gu, Z., "Vertically aligned Pt nanowire array/Au nanoparticle hybrid structure as highly sensitive amperometric biosensors", *Sensors and Actuators B: Chemical* 243, 1092 (2017).
- [17] Leontiev, A. P., Brylev, O. A., und Napolskii, K. S., "Arrays of rhodium nanowires based on anodic alumina: Preparation and electrocatalytic activity for nitrate reduction", *Electrochimica Acta* 155, 466 (2015).
- [18] Duan, J.-L., Liu, J., Yao, H.-J., Mo, D., Hou, M.-D., Sun, Y.-M., Chen, Y.-F., und Zhang, L., "Controlled synthesis and diameter-dependent optical properties of Cu nanowire arrays", *Materials Science and Engineering: B* 147, 1, 57 (2008).
- [19] Xu, J., und Wang, K., "Pulsed electrodeposition of monocrystalline Ni nanowire array and its magnetic properties", *Applied Surface Science* 254, 20, 6623 (2008).
- [20] Xu, J., und Huang, X., "Pulsed electrodeposition of monocrystalline Ni nanowire array by intermittent symmetric square wave", *Materials Letters* 62, 10-11, 1491 (2008).
- [21] Vila, L., Vincent, P., Dauginet-De Pra, L., Pirio, G., Minoux, E., Gangloff, L., Demoustier-Champagne, S., Sarazin, N., Ferain, E., Legras, R., Piraux, L., und Legagneux, P., "Growth and Field-Emission Properties of Vertically Aligned Cobalt Nanowire Arrays", *Nano Letters* 4, 3, 521 (2004).
- [22] Whitney, T. M., Searson, P. C., Jiang, J. S., und Chien, C. L., "Fabrication and Magnetic Properties of Arrays of Metallic Nanowires", *Science* 261, 5126, 1316 (1993).
- [23] Motoyama, M., Fukunaka, Y., Sakka, T., Ogata, Y. H., und Kikuchi, S., "Electrochemical processing of Cu and Ni nanowire arrays", *Journal of Electroanalytical Chemistry* 584, 2, 84 (2005).

- [24] Jung, Y. S., Lee, J. H., Lee, J. Y., und Ross, C. A., "Fabrication of diverse metallic nanowire arrays based on block copolymer self-assembly", *Nano Lett* 10, 9, 3722 (2010).
- [25] Konishi, Y., Motoyama, M., Matsushima, H., Fukunaka, Y., Ishii, R., und Ito, Y., "Electrodeposition of Cu nanowire arrays with a template", *Journal of Electroanalytical Chemistry* 559, 149 (2003).
- [26] Martin, C. R., "Membrane-Based Synthesis of Nanomaterials", *Chemistry of Materials* 8, 8, 1739 (1996).
- [27] Hamrakulov, B., Kim, I.-S., Lee, M. G., und Park, B. H., "Electrodeposited Ni, Fe, Co and Cu single and multilayer nanowire arrays on anodic aluminum oxide template", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 19, s83 (2009).
- [28] Yin, A. J., Li, J., Jian, W., Bennett, A. J., und Xu, J. M., "Fabrication of highly ordered metallic nanowire arrays by electrodeposition", *Applied Physics Letters* 79, 7, 1039 (2001).
- [29] Xia, Y., Yang, P., Sun, Y., Wu, Y., Mayers, B., Gates, B., Yin, Y., Kim, F., und Yan, H., "One-Dimensional Nanostructures: Synthesis, Characterization, and Applications", *Advanced Materials* 15, 5, 353 (2003).
- [30] Gao, T., Meng, G. W., Zhang, J., Wang, Y. W., Liang, C. H., Fan, J. C., und Zhang, L. D., "Template synthesis of single-crystal Cu nanowire arrays by electrodeposition", *Applied Physics A Materials Science & Processing* 73, 2, 251 (2001).
- [31] Dou, Zhu, Huang, Li, L., und Li, "Effective Deposition Potential Induced Size-Dependent Orientation Growth of Bi-Sb Alloy Nanowire Arrays", *The Journal of Physical Chemistry B* 110, 43, 21572 (2006).
- [32] Duan, J. L., Lei, D. Y., Chen, F., Lau, S. P., Milne, W. I., Toimil-Molares, M. E., Trautmann, C., und Liu, J., "Vertically-Aligned Single-Crystal Nanocone Arrays: Controlled Fabrication and Enhanced Field Emission", *ACS Applied Materials & Interfaces* 8, 1, 472 (2015).
- [33] Antohe, V. A., Radu, A., Mátéfi-Tempfli, M., Attout, A., Yunus, S., Bertrand, P., Duțu, C. A., Vlad, A., Melinte, S., Mátéfi-Tempfli, S., und Piriaux, L., "Nanowire-templated microelectrodes for high-sensitivity pH detection", *Applied Physics Letters* 94, 7, 073118 (2009).
- [34] Zhang, Y., Zhang, M., Cai, Z., Chen, M., und Cheng, F., "A novel electrochemical sensor for formaldehyde based on palladium nanowire arrays electrode in alkaline media", *Electrochimica Acta* 68, 172 (2012).
- [35] Quednau, S., "Integration und Einsatz metallischer Nanodrahtarrays für die Gasfluss-Sensorik", Diplomarbeit, Fachbereich Elektromechanische Konstruktionen, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2009).
- [36] Mohammadpour, R., Ahmadvand, H., und Irajizad, A., "A novel field ionization gas sensor based on self-organized CuO nanowire arrays", *Sensors and Actuators A: Physical* 216, 202 (2014).
- [37] Wang, B., Zhu, L. F., Yang, Y. H., Xu, N. S., und Yang, G. W., "Fabrication of a SnO₂ Nanowire Gas Sensor and Sensor Performance for Hydrogen", *The Journal of Physical Chemistry C* 112, 17, 6643 (2008).
- [38] Rauber, M., Alber, I., Müller, S., Neumann, R., Picht, O., Roth, C., Schokel, A., Toimil-Molares, M. E., und Ensinger, W., "Highly-ordered supportless three-dimensional nanowire networks with tunable complexity and interwire connectivity for device integration", *Nano Lett* 11, 6, 2304 (2011).
- [39] Xu, W., Wong, J., Cheng, C. C., Johnson, R., und Scherer, A., "Fabrication of ultrasmall magnets by electroplating", *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 13, 6, 2372 (1995).
- [40] O'Barr, R., Yamamoto, S. Y., Schultz, S., Xu, W., und Scherer, A., "Fabrication and characterization of nanoscale arrays of nickel columns", *Journal of Applied Physics* 81, 8, 4730 (1997).
- [41] Schönenberger, C., van der Zande, B. M. I., Fokink, L. G. J., Henny, M., Schmid, C., Krüger, M., Bachtold, A., Huber, R., Birk, H., und Staufer, U., "Template Synthesis of Nanowires in Porous Polycarbonate Membranes: Electrochemistry and Morphology", *The Journal of Physical Chemistry B* 101, 28, 5497 (1997).
- [42] Vetter, J., und Spohr, R., "Application of ion track membranes for preparation of metallic microstructures", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 79, 1, 691 (1993).
- [43] Dobrev, D., Vetter, J., und Angert, N., "Electrochemical preparation of metal microstructures on large areas of etched ion track membranes", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 149, 207 (1999).
- [44] Whang, D., Jin, S., Wu, Y., und Lieber, C. M., "Large-Scale Hierarchical Organization of Nanowire Arrays for Integrated Nanosystems", *Nano Letters* 3, 9, 1255 (2003).
- [45] Navitski, A., Sakharuk, V., Jordan, F., Müller, G., Schubert, I., Toimil-Molares, M. E., und Trautmann, C., "Field emission current limits of patches with cylindrical gold nanowires", auf: 22nd International Vacuum Nanoelectronics Conference, Hrsg.: IEEE, in: Hamamatsu, Japan (2009).
- [46] Li, X., Song, G., Peng, Z., She, X., Li, J., Sun, J., Zhou, D., Li, P., und Shao, Z., "Photolithographic Approaches for Fabricating Highly Ordered Nanopatterned Arrays", *Nanoscale Res Lett* 3, 12, 521 (2008).
- [47] Hsu, C.-W., Li, C.-W., und Wang, G.-J., "Fabrication of biocompatible high aspect ratio Au-Ni coaxial nanorod arrays using the electroless galvanic displacement reaction method", *RSC Adv.* 4, 24, 12127 (2014).
- [48] Toulemonde, M., Trautmann, C., Balanzat, E., Hjort, K., und Weidinger, A., "Track formation and fabrication of nanostructures with MeV-ion beams", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 216, 1 (2004).
- [49] Bhise, A. B., Late, D. J., Sathe, B., More, M. A., Mulla, I. S., Pillai, V. K., und Joag, D. S., "Fabrication of In-doped SnO₂ nanowire arrays and its field emission investigations", *Journal of Experimental Nanoscience* 5, 6, 527 (2010).

- [50] San Paulo, Á., Arellano, N., Plaza, J. A., He, R., Carraro, C., Maboudian, R., Howe, R. T., Bokor, J., und Yang, P., "Suspended Mechanical Structures Based on Elastic Silicon Nanowire Arrays", *Nano Letters* 7, 4, 1100 (2007).
- [51] Maijenburg, W., "Templated electrodeposition of functional nanostructures: nanowires, nanotubes and nanocubes", Dissertation, Faculty of Science and Technology, University of Twente, Niederlande (2014).
- [52] Wang, M. C. P., und Gates, B. D., "Directed assembly of nanowires", *Materials Today* 12, 5, 34 (2009).
- [53] Menke, E. J., Thompson, M. A., Xiang, C., Yang, L. C., und Penner, R. M., "Lithographically patterned nanowire electrodeposition", *Nat Mater* 5, 11, 914 (2006).
- [54] Ng, H. T., Han, J., Yamada, T., Nguyen, P., Chen, Y. P., und Meyyappan, M., "Single Crystal Nanowire Vertical Surround-Gate Field-Effect Transistor", *Nano Letters* 4, 7, 1247 (2004).
- [55] Xiang, C., Thompson, M. A., Yang, F., Menke, E. J., Yang, L.-M. C., und Penner, R. M., "Lithographically patterned nanowire electrodeposition", *physica status solidi (c)* 5, 11, 3503 (2008).
- [56] Erdem Alaca, B., "Integration of one-dimensional nanostructures with microsystems: an overview", *International Materials Reviews* 54, 5, 245 (2013).
- [57] Lindeberg, M., "High aspect ratio microsystem fabrication by ion track lithography", Dissertation, Faculty of Science and Technology, Uppsala University, Schweden (2003).
- [58] Yousef, H., Lindeberg, M., und Hjort, K., "Ion track enabled multiple wire microvia interconnects in printed circuit boards", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 266, 8, 1659 (2008).
- [59] Cornelius, T., Ensinger, W., Neumann, R., und Rauber, M., "Nanowire Structural Element", USA, Patent: US 8685348 B2, GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH (2014).
- [60] Tan, E. P. S., und Lim, C. T., "Mechanical characterization of nanofibers – A review", *Composites Science and Technology* 66, 9, 1102 (2006).
- [61] Cimalla, V., Röhlig, C.-C., Pezoldt, J., Niebelschütz, M., Ambacher, O., Brückner, K., Hein, M., Weber, J., Milenkovic, S., Smith, A. J., und Hassel, A. W., "Nanomechanics of Single Crystalline Tungsten Nanowires", *Journal of Nanomaterials* 2008, 1 (2008).
- [62] Kim, Y.-J., Son, K., Choi, I.-C., Choi, I.-S., Park, W. I., und Jang, J.-I., "Exploring Nanomechanical Behavior of Silicon Nanowires: AFM Bending Versus Nanoindentation", *Advanced Functional Materials* 21, 2, 279 (2011).
- [63] Dou, R., und Derby, B., "The strength of gold nanowire forests", *Scripta Materialia* 59, 2, 151 (2008).
- [64] Zhu, Y., und Espinosa, H. D., "An electromechanical material testing system for in situ electron microscopy and applications", *Proc Natl Acad Sci U S A* 102, 41, 14503 (2005).
- [65] Röhlig, C.-C., Niebelschütz, M., Brueckner, K., Tonisch, K., Ambacher, O., und Cimalla, V., "Elastic properties of nanowires", *physica status solidi (b)* 247, 10, 2557 (2010).
- [66] Wang, Z. L., "Mechanical Properties of Nanowires and Nanobelts", Edition 1, New York, USA, Marcel Dekker, Inc. (2004).
- [67] Tomizuka, M., Downey, P. R., Flatau, A. B., McGary, P. D., und Stadler, B. J. H., "Characterization of the mechanical properties and sensing behavior of iron-gallium nanowire arrays", auf: SPIE Smart Structures and Materials + Nondestructive Evaluation and Health Monitoring, Hrsg.: Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE), in: San Diego, USA (2008).
- [68] Wang, Z. L., Gao, R. P., Pan, Z. W., und Dai, Z. R., "Nano-Scale Mechanics of Nanotubes, Nanowires, and Nanobelts", *Advanced Engineering Materials* 3, 9, 657 (2001).
- [69] Oliver, W. C., und Pharr, G. M., "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", *Journal of Materials Research* 7, 6, 1564 (2011).
- [70] Feng, G., Nix, W. D., Yoon, Y., und Lee, C. J., "A study of the mechanical properties of nanowires using nanoindentation", *Journal of Applied Physics* 99, 7, 074304 (2006).
- [71] Li, X., Gao, H., Murphy, C. J., und Caswell, K. K., "Nanoindentation of Silver Nanowires", *Nano Letters* 3, 11, 1495 (2003).
- [72] Sohn, Y. S., Park, J., Yoon, G., Song, J., Jee, S. W., Lee, J. H., Na, S., Kwon, T., und Eom, K., "Mechanical Properties of Silicon Nanowires", *Nanoscale Res Lett* 5, 1, 211 (2009).
- [73] Cuevas, A., Dalchiele, E. A., Marotti, R., Leinen, D., Ramos-Barrado, J. R., und Martin, F., "Mechanical properties of vertically aligned single-crystalline silicon nanowire arrays", *Journal of Materials Research* 26, 09, 1091 (2011).
- [74] Li, X., Bhushan, B., Takashima, K., Baek, C.-W., und Kim, Y.-K., "Mechanical characterization of micro/nanoscale structures for MEMS/NEMS applications using nanoindentation techniques", *Ultramicroscopy* 97, 1-4, 481 (2003).
- [75] Wu, B., Heidelberg, A., und Boland, J. J., "Mechanical properties of ultrahigh-strength gold nanowires", *Nat Mater* 4, 7, 525 (2005).
- [76] Li, M., Mayer, T. S., Sioss, J. A., Keating, C. D., und Bhiladvala, R. B., "Template-grown metal nanowires as resonators: performance and characterization of dissipative and elastic properties", *Nano Lett* 7, 11, 3281 (2007).
- [77] Erdélyi, R., Halász, V., Szabó, Z., Lukács, I. E., und Volk, J., "Mechanical characterization of epitaxially grown zinc oxide nanorods", *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures* 44, 6, 1050 (2012).

- [78] Hoffmann, S., Utke, I., Moser, B., Michler, J., Christiansen, S. H., Schmidt, V., Senz, S., Werner, P., Gösele, U., und Ballif, C., "Measurement of the Bending Strength of Vapor–Liquid–Solid Grown Silicon Nanowires", *Nano Letters* 6, 4, 622 (2006).
- [79] Philippe, L., Peyrot, I., Michler, J., Hassel, A. W., und Milenkovic, S., "Yield stress of monocrystalline rhenium nanowires", *Applied Physics Letters* 91, 11, 111919 (2007).
- [80] Philippe, L., Wang, Z., Peyrot, I., Hassel, A. W., und Michler, J., "Nanomechanics of rhenium wires: Elastic modulus, yield strength and strain hardening", *Acta Materialia* 57, 14, 4032 (2009).
- [81] Bhushan, B., "Springer Handbook of Nanotechnology", Edition 3, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2010).
- [82] Ashby, M. F., Ferreira, P. J., und Schodek, D. L., "Nanomaterial, Nanotechnologies and Design", Edition 1, Oxford, Großbritannien, Butterworth-Heinemann (2009).
- [83] Ozin, G. A., "Nanotechnology: Synthesis in diminishing dimensions", *Advanced Materials* 4, 10, 612 (1992).
- [84] Lövestam, G., Rauscher, H., Roebben, G., Sokull Klüttgen, B., Gibson, N., Putaud, J.-P., und Stamm, H., "Considerations on a Definition of Nanomaterial for Regulatory Purposes", (2010).
- [85] C. Hulthen, J., und Martin, C. R., "A general template-based method for the preparation of nanomaterials", *Journal of Materials Chemistry* 7, 7, 1075 (1997).
- [86] Gargas, D. J., Toimil-Molares, M. E., und Yang, P., "Imaging Single ZnO Vertical Nanowire Laser Cavities Using UV-laser Scanning Confocal Microscopy", *Journal of the American Chemical Society* 131, 6, 2125 (2009).
- [87] Seletskiy, D. V., Hasselbeck, M. P., Cederberg, J. G., Katzenmeyer, A., Toimil-Molares, M. E., Léonard, F., Talin, A. A., und Sheik-Bahae, M., "Efficient terahertz emission from InAs nanowires", *Physical Review B* 84, 11, 115421 (2011).
- [88] Hochbaum, A. I., und Yang, P., "Semiconductor Nanowires for Energy Conversion", *Chemical Reviews* 110, 1, 527 (2010).
- [89] Lieber, C. M., und Wang, Z. L., "Functional Nanowires", *MRS Bulletin* 32, 2, 99 (2011).
- [90] Hering, E., Bressler, K., und Gutekunst, J., "Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler", Edition 5, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2005).
- [91] Münch, F., "Stromlose Synthese metallischer Nanoröhren in ionenspurgeätzten Polymertemplaten", Dissertation, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2013).
- [92] Neetzel, C., "Formkontrollierte Herstellung von mikro-/nanostrukturierten Kupfer- und Eisenverbindungen sowie Anwendungsbeispiele", Dissertation, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2014).
- [93] Schäfer, S., "Nasschemische Synthese ferromagnetischer Nanostrukturen in ionenspurgeätzten Templaten", Dissertation, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2018).
- [94] Felix, E.-M., "Grüne Stromlose Synthese von Gold, Palladium und Platin Nanostrukturen", Dissertation, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2016).
- [95] Muench, F., Sun, L., Kottakkat, T., Antoni, M., Schaefer, S., Kunz, U., Molina-Luna, L., Duerrschnabel, M., Kleebe, H. J., Ayata, S., Roth, C., und Ensinger, W., "Free-Standing Networks of Core-Shell Metal and Metal Oxide Nanotubes for Glucose Sensing", *ACS Appl Mater Interfaces* 9, 1, 771 (2017).
- [96] Muench, F., Neetzel, C., Kaserer, S., Brötz, J., Jaud, J.-C., Zhao-Karger, Z., Lauterbach, S., Kleebe, H.-J., Roth, C., und Ensinger, W., "Fabrication of porous rhodium nanotube catalysts by electroless plating", *Journal of Materials Chemistry* 22, 25, 12784 (2012).
- [97] Yang, F., Donovan, K. C., Kung, S. C., und Penner, R. M., "The surface scattering-based detection of hydrogen in air using a platinum nanowire", *Nano Lett* 12, 6, 2924 (2012).
- [98] Stegmann, C., Rauber, M., Hottes, M., Muench, F., Brötz, J., Quednau, S., Schlaak, H. F., und W., E., "Direct growth of vertically integrated platinum nanowires with controlled crystallinity for sensing devices", auf: EDNANO, Hrsg.: Universität Porto, in: Porto, Portugal (2012).
- [99] Hwang, S., Kwon, H., Chhajed, S., Byon, J. W., Baik, J. M., Im, J., Oh, S. H., Jang, H. W., Yoon, S. J., und Kim, J. K., "A near single crystalline TiO₂ nanohelix array: enhanced gas sensing performance and its application as a monolithically integrated electronic nose", *Analyst* 138, 2, 443 (2013).
- [100] Dassinger, F., Hottes, M., Greiner, F., Schlaak, H. F., und W., E., "Mikro-Nano-Integration für die Intertialsensorik", in: „Sensor Magazin 27 (3)“, 24 (2012).
- [101] Greiner, F., Dassinger, F., Quednau, S., R., S., Hottes, M., Stegmann, C., Rauber, M., Trautmann, C., Schlaak, H. F., und Ensinger, W., "Integration of nanowires onto 100 mm wafers by the growth in-place method", in: "GSI Scientific Report 2012", 413 (2012).
- [102] Quednau, S., Dassinger, F., Hottes, M., C., S., Ensinger, W., und Schlaak, H. F., "Integration und Charakterisierung von Nanostrukturen in Mikrosysteme für sensorische Anwendungen", auf: Mikrosystemtechnik Kongress, Hrsg.: Bundesministeriums für Bildung und Forschung, VDE - Verband der Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik e.V., in: Aachen, Deutschland (2013).
- [103] Schneider, J. J., Yadav, S., Ensinger, W., Hottes, M., Küppers, F., Rhazi, S., Schlaak, H. F., Greiner, F., und Dassinger, F., "ELEMENT - Elektromechanische Sensoren mit eindimensionalen Nanoobjekten", auf: BMBF-Statusmeeting, Hrsg.: Bundesministeriums für Bildung und Forschung, in: Berlin, Deutschland (2012).

- [104] Nguyen, L. N., "Mikrostrukturen für die Integration von Nanodrahtarrays in MEMS", Masterarbeit, Fachbereich Elektromechanische Konstruktionen, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2011).
- [105] Beißner, S., "Volumenmikromechanische Inertialsensoren", Dissertation, Institut für Mikrotechnik, Technische Universität Braunschweig, Deutschland (2004).
- [106] Rudolf, F., Jornod, A., Bergqvist, J., und Leuthold, H., "Precision accelerometers with μg resolution", *Sensors and Actuators A: Physical* 21, 1, 297 (1990).
- [107] Zhang, D., Drissen, W., Breguet, J.-M., Clavel, R., und Michler, J., "A high-sensitivity and quasi-linear capacitive sensor for nanomechanical testing applications", *Journal of Micromechanics and Microengineering* 19, 7, 075003 (2009).
- [108] Velten, T., "Mikromechanisch gefertigter 3D-Beschleunigungssensor für die Hand-Gebärdenerfassung", Dissertation, Fachbereich Elektrotechnik, Technische Universität Berlin, Deutschland (2000).
- [109] Qu, W., Wenzel, C., und Gerlach, G., "Fabrication of a 3D differential-capacitive acceleration sensor by UV-LIGA", *Sensors and Actuators A: Physical* 77, 1, 14 (1999).
- [110] Puers, R., und Reynjens, S., "Design and processing experiments of a new miniaturized capacitive triaxial accelerometer", *Sensors and Actuators A* 68, 324 (1998).
- [111] Pang, G., und Liu, H., "Evaluation of a Low-cost MEMS Accelerometer for Distance Measurement", *Journal of Intelligent and Robotic Systems* 30, 249 (2001).
- [112] Göpel, W., Hesse, J., Zemel, J. N., Bau, H. H., deRooy, N. F., und Kloeck, B., "Sensors-A Comprehensive Survey - Volume 7: Mechanical Sensors", Edition 1, Weinheim (u. a.), Deutschland, VCH-Verlag (1994).
- [113] Tang, B., Sato, K., Xi, S., Xie, G., Zhang, D., und Cheng, Y., "Process development of an all-silicon capacitive accelerometer with a highly symmetrical spring-mass structure etched in TMAH+Triton-X-100", *Sensors and Actuators A: Physical* 217, 105 (2014).
- [114] Yazdi, N., Ayazi, F., und Najafi, K., "Micromachined inertial sensors", *Proceedings of the IEEE* 86, 8, 1640 (1998).
- [115] Roszhart, T. V., Jerman, H., Drake, J., und de Cotiis, C., "An Inertial-Grade, Micromachined Vibrating Beam Accelerometer", auf: The 8th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, and Eurosensors IX, Hrsg.: IEEE, in: Stockholm, Schweden (1995).
- [116] Greiner, F., Quednau, S., Dassinger, F., Sarwar, R., Schlaak, H. F., Guttman, M., und Meyer, P., "Fabrication techniques for multiscale 3D-MEMS with vertical metal micro- and nanowire integration", *Journal of Micromechanics and Microengineering* 23, 2, 025018 (2013).
- [117] Greiner, F., und Schlaak, H. F., "High aspect ratio metal micro and nano pillars for minimal footprint MEMS suspension", *Microsystem Technologies* 19, 3, 425 (2012).
- [118] Huczko, A., "Template-based synthesis of nanomaterials", *Appl. Phys. A* 70, 365 (2000).
- [119] Furneaux, R. C., Rigby, W. R., und Davidson, A. P., "The formation of controlled-porosity membranes from anodically oxidized aluminium", *Nature* 337, 6203, 147 (1989).
- [120] Kline, T. R., Tian, M., Wang, J., Sen, A., Chan, M. W. H., und Mallouk, T. E., "Template-Grown Metal Nanowires", *Inorganic Chemistry* 45, 19, 7555 (2006).
- [121] Thurn-Albrecht, T., Schotter, J., Kästle, G. A., Emley, N., Shibauchi, T., Krusin-Elbaum, L., Guarini, K., Black, C. T., Tuominen, M. T., und Russell, T. P., "Ultrahigh-Density Nanowire Arrays Grown in Self-Assembled Diblock Copolymer Templates", *Science* 290, 5499, 2126 (2000).
- [122] Fang, D., Huang, K., Liu, S., und Qin, D., "High density copper nanowire arrays deposition inside ordered titania pores by electrodeposition", *Electrochemistry Communications* 11, 4, 901 (2009).
- [123] Tonucci, R. J., Justus, B. L., Campillo, A. J., und Ford, C. E., "Nanochannel Array Glass", *Science* 258, 5083, 783 (1992).
- [124] Wu, Y., Livneh, T., Zhang, Y. X., Cheng, G., Wang, J., Tang, J., Moskovits, M., und Stucky, G. D., "Templated Synthesis of Highly Ordered Mesostructured Nanowires and Nanowire Arrays", *Nano Letters* 4, 12, 2337 (2004).
- [125] Trautmann, C., Bouffard, S., und Spohr, R., "Etching threshold for ion tracks in polyimide", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 116, 1, 429 (1996).
- [126] Spohr, R., Zet, C., Eberhard Fischer, B., Kiesewetter, H., Apel, P., Gunko, I., Ohgai, T., und Westerberg, L., "Controlled fabrication of ion track nanowires and channels", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 268, 6, 676 (2010).
- [127] Apel, P. Y., Blonskaya, I. V., Orelovitch, O. L., Sartowska, B. A., und Spohr, R., "Asymmetric ion track nanopores for sensor technology. Reconstruction of pore profile from conductometric measurements", *Nanotechnology* 23, 22, 225503 (2012).
- [128] Chakarvarti, S. K., "Track-etch membranes enabled nano-/microtechnology: A review", *Radiation Measurements* 44, 9-10, 1085 (2009).
- [129] Chakarvarti, S. K., und Vetter, J., "Template Synthesis - a membrane based technology for generation of nano-/micro materials: a review", *Radiation Measurements* 29, 2, 149 (1998).
- [130] Sun, Y., Zhu, Z., Wang, Z., Jin, Y., Liu, J., Hou, M., und Zhang, Q., "Swift heavy ion induced amorphisation and chemical modification in polycarbonate", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 209, 188 (2003).
- [131] Apel, P., "Track etching technique in membrane technology", *Radiation Measurements* 34, 1, 559 (2001).

- [132] Domininghaus, H., Elsner, P., Eyerer, P., und Hirth, T., "Kunststoffe - Eigenschaften und Anwendungen", Edition 7, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2008).
- [133] Eyerer, P., Hirth, T., und Elsner, P., "Polymer Engineering - Technologien und Praxis", Edition 1, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2008).
- [134] Fleischer, R. L., Price, P. B., Walker, R. M., und Walker, R. M., "Nuclear Tracks in Solids: Principles and Applications", Edition 1, Berkeley (u. a.), USA, University of California Press (1975).
- [135] Koukharenko, E., Li, X., Nandhakumar, I., Frety, N., Beeby, S. P., Cox, D., Tudor, M. J., Schiedt, B., Trautmann, C., Bertsch, A., und White, N. M., "Towards a nanostructured thermoelectric generator using ion-track lithography", *Journal of Micromechanics and Microengineering* 18, 10, 104015 (2008).
- [136] Dehaye, F., Balanzat, E., Ferain, E., und Legras, R., "Chemical modifications induced in bisphenol A polycarbonate by swift heavy ions", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 209, 103 (2003).
- [137] Karim, S., Ensinger, W., Mujahid, S. A., Maaz, K., und Khan, E. U., "Effect of etching conditions on pore shape in etched ion-track polycarbonate membranes", *Radiation Measurements* 44, 9-10, 779 (2009).
- [138] Puippe, J.-C., "Pulse-Plating", Edition 1, Saulgau, Deutschland, Eugen G. Leuze Verlag (1990).
- [139] Ibl, N., "Some theoretical aspects of pulse electrolysis", *Surface Technology* 10, 2, 81 (1980).
- [140] Liu, S., "Straightforward fabrication of highly ordered TiO₂ nanowire arrays in AAM on aluminum substrate", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, (2004).
- [141] Zhang, Y., Li, G., Wu, Y., Zhang, B., Song, W., und Zhang, L., "Antimony Nanowire Arrays Fabricated by Pulsed Electrodeposition in Anodic Alumina Membranes", *Advanced Materials* 14, 17, 1227 (2002).
- [142] Nielsch, K., Müller, F., Li, A.-P., und Gösele, U., "Uniform Nickel Deposition into Ordered Alumina Pores by Pulsed Electrodeposition", *Advanced Materials* 12, 8, 582 (2000).
- [143] Puippe, J.-C., und Ibl, N., "Influence of charge and discharge of electric double layer in pulse plating", *Journal of Applied Electrochemistry* 10, 6, 775 (1980).
- [144] Chandrasekar, M. S., und Pushpavanam, M., "Pulse and pulse reverse plating—Conceptual, advantages and applications", *Electrochimica Acta* 53, 8, 3313 (2008).
- [145] Stegmann, C., Muench, F., Rauber, M., Hottes, M., Brötz, J., Kunz, U., Lauterbach, S., Kleebe, H.-J., und Ensinger, W., "Platinum nanowires with pronounced texture, controlled crystallite size and excellent growth homogeneity fabricated by optimized pulsed electrodeposition", *RSC Advances* 4, 10, 4804 (2014).
- [146] Schuchert, I. U., Molaes, M. E. T., Dobrev, D., Vetter, J., Neumann, R., und Martin, M., "Electrochemical Copper Deposition in Etched Ion Track Membranes", *Journal of The Electrochemical Society* 150, 4, C189 (2003).
- [147] Schoch, R. B., Han, J., und Renaud, P., "Transport phenomena in nanofluidics", *Reviews of Modern Physics* 80, 3, 839 (2008).
- [148] Toimil-Molaes, M. E., "Characterization and properties of micro- and nanowires of controlled size, composition, and geometry fabricated by electrodeposition and ion-track technology", *Beilstein J Nanotechnol* 3, 860 (2012).
- [149] Philippe, L., Kacem, N., und Michler, J., "Electrochemical Deposition of Metals Inside High Aspect Ratio Nanoelectrode Array: Analytical Current Expression and Multidimensional Kinetic Model for Cobalt Nanostructure Synthesis", *The Journal of Physical Chemistry C* 111, 13, 5229 (2007).
- [150] Valizadeh, S., Hultman, L., George, J.-M., und Leisner, P., "Template Synthesis of Au/Co Multilayered Nanowires by Electrochemical Deposition", *Adv. Funct. Mater.* 12, 11-12, 766 (2002).
- [151] Wightman, R. M., "Microvoltammetric electrodes", *Analytical Chemistry* 53, 9, 1125A (1981).
- [152] Li, X., Wang, Y., Song, G., Peng, Z., Yu, Y., She, X., und Li, J., "Synthesis and Growth Mechanism of Ni Nanotubes and Nanowires", *Nanoscale Res Lett* 4, 9, 1015 (2009).
- [153] Tian, M., Wang, J., Kurtz, J., Mallouk, T. E., und Chan, M. H. W., "Electrochemical Growth of Single-Crystal Metal Nanowires via a Two-Dimensional Nucleation and Growth Mechanism", *Nano Letters* 3, 7, 919 (2003).
- [154] Buchanan, P. D., "Electroplating the Platinum Metals - an historical review of the early researches", *Platinum Metals Rev.* 25, 1, 32 (1981).
- [155] Rao, C., und Trivedi, D., "Chemical and electrochemical depositions of platinum group metals and their applications", *Coordination Chemistry Reviews* 249, 5-6, 613 (2005).
- [156] Powell, A. R., und Scott, A. W., "Improvements in or relating to the electrodeposition of the metals of the platinum group", Großbritannien, Patent: GB Patent 363569, Johnson Matthey & Co Ltd. (1931).
- [157] Baumgärtner, M. E., und Raub, C. J., "The Electrodeposition of Platinum and Platinum Alloys", *Platinum Metals Rev.* 32, 4, 188 (1988).
- [158] Wen, Y.-H., Huang, R., Zhu, Z.-Z., und Wang, Q., "Mechanical properties of platinum nanowires: An atomistic investigation on single-crystalline and twinned structures", *Computational Materials Science* 55, 205 (2012).
- [159] Lee, E. P., Peng, Z., Chen, W., Chen, S., Yang, H., und Xia, Y., "Electrocatalytic properties of Pt nanowires supported on Pt and W gauzes", *ACS Nano* 2, 10, 2167 (2008).
- [160] Choi, S. M., Kim, J. H., Jung, J. Y., Yoon, E. Y., und Kim, W. B., "Pt nanowires prepared via a polymer template method: Its promise toward high Pt-loaded electrocatalysts for methanol oxidation", *Electrochimica Acta* 53, 19, 5804 (2008).

- [161] Callister Jr., W. D., "Materials Science and Engineering - An Introduction", Edition 7, USA, John Wiley & Sons, Inc. (2007).
- [162] finanzen.net-GmbH, "Platinpreis," 13.09.2019; <https://www.finanzen.net/rohstoffe/platinpreis>.
- [163] Honda, K., "Über die Ursache der hohen Permeabilität von luftgekühltem Permalloy", *Zeitschrift für Physik* 67, 11-12, 808 (1931).
- [164] Levy, E. M., *Plating* 56, 903 (1969).
- [165] Nakano, H., Matsuno, M., Oue, S., Yano, M., Kobayashi, S., und Fukushima, H., "Mechanism of anomalous type electrodeposition of Fe-Ni alloys from sulfate solutions", *Materials Transactions* 45, 11, 3130 (2004).
- [166] Salem, M. S., Sergelius, P., Zierold, R., Montero Moreno, J. M., Görlitz, D., und Nielsch, K., "Magnetic characterization of nickel-rich NiFe nanowires grown by pulsed electrodeposition", *Journal of Materials Chemistry* 22, 17, 8549 (2012).
- [167] Ohgai, T., Hjort, K., Spohr, R., und Neumann, R., "Electrodeposition of cobalt based ferro-magnetic metal nanowires in polycarbonate films with cylindrical nanochannels fabricated by heavy-ion-track etching", *Journal of Applied Electrochemistry* 38, 5, 713 (2008).
- [168] Anderson, N. C., und Grover, C. R., "Electroplating of nickel-iron alloys for uniformity of nickel/iron ratio using a low density plating current", USA, Patent: United States Patent 4279707, International Business Machines Corporation (1981).
- [169] Aravamudhan, S., Singleton, J., Goddard, P. A., und Bhansali, S., "Magnetic properties of Ni-Fe nanowire arrays: effect of template material and deposition conditions", *Journal of Physics D: Applied Physics* 42, 11, 115008 (2009).
- [170] Rheem, Y., Yoo, B. Y., Beyermann, W. P., und Myung, N. V., "Magneto-transport studies of single ferromagnetic nanowire", *physica status solidi (a)* 204, 12, 4004 (2007).
- [171] Kovac, Z., "The Effect of Superimposed A.C. on D.C. in Electrodeposition of Ni - Fe Alloys", *Journal of The Electrochemical Society* 118, 1, 51 (1971).
- [172] Neuróhr, K., Csik, A., Vad, K., Molnár, G., Bakonyi, I., und Péter, L., "Near-substrate composition depth profile of direct current-plated and pulse-plated Fe-Ni alloys", *Electrochimica Acta* 103, 179 (2013).
- [173] Dahms, H., und Croll, I. M., "The Anomalous Codeposition of Iron-Nickel Alloys", *Journal of The Electrochemical Society* 112, 8, 771 (1965).
- [174] Kieling, V. C., "Parameters influencing the electrodeposition of Ni-Fe alloys", *Surface and Coatings Technology* 96, 2, 135 (1997).
- [175] Llavona, Á., Pérez, L., Sánchez, M. C., und de Manuel, V., "Enhancement of anomalous codeposition in the synthesis of Fe-Ni alloys in nanopores", *Electrochimica Acta* 106, 392 (2013).
- [176] Myung, N. V., und Nobe, K., "Electrodeposited Iron Group Thin-Film Alloys: Structure-Property Relationships", *Journal of The Electrochemical Society* 148, 3, C136 (2001).
- [177] Su, X., und Qiang, C., "Influence of pH and bath composition on properties of Ni-Fe alloy films synthesized by electrodeposition", *Bulletin of Materials Science* 35, 2, 183 (2012).
- [178] Zech, N., Podlaha, E. J., und Landolt, D., "Anomalous Codeposition of Iron Group Metals: I. Experimental Results", *Journal of The Electrochemical Society* 146, 8, 2886 (1999).
- [179] Jen, S. U., und Lin, C. C., "Magnetostriktion und Young's modulus of [Fe₁₅Ni₈₅/Fe₂₅Ni₇₅] multilayers", *Thin Solid Films* 471, 1-2, 218 (2005).
- [180] Boehme, M., und Ensinger, W., "From Nanowheat to Nanograss: A Preparation Method to Achieve Free Standing Nanostructures Having a High Length/Diameter Aspect Ratio", *Advanced Engineering Materials* 13, 5, 373 (2011).
- [181] Tian, M., Wang, W., Wei, Y., und Yang, R., "Stable high areal capacity lithium-ion battery anodes based on three-dimensional Ni-Sn nanowire networks", *Journal of Power Sources* 211, 46 (2012).
- [182] De Leo, M., Kuhn, A., und Ugo, P., "3D-Ensembles of Gold Nanowires: Preparation, Characterization and Electroanalytical Peculiarities", *Electroanalysis* 19, 2-3, 227 (2007).
- [183] Kang, J.-W., Kim, J.-S., und Kim, J.-J., "Optimized Oxygen Plasma Etching of Polycarbonate for Low-Loss Optical Waveguide Fabrication", *Japanese Journal of Applied Physics* 40, 3215 (2001).
- [184] Pearton, S. J., und Norton, D. P., "Dry Etching of Electronic Oxides, Polymers, and Semiconductors", *Plasma Processes and Polymers* 2, 1, 16 (2005).
- [185] Egitto, F. D., "Plasma etching and modification of organic polymers", *Pure and Applied Chemistry* 62, 9, 1699 (1990).
- [186] Zhou, W., und Wang, Z. L., "Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications", Edition 1, New York, USA, Springer Science+Business Media, LLC (2006).
- [187] Gross, D., Hauger, W., Wall, W. A., und Schröder, J., "Technische Mechanik 2 - Elastostatik", Edition 12, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2014).
- [188] Gross, D., Hauger, W., Schröder, J., und Wall, W. A., "Technische Mechanik 3 - Kinetik", Edition 10, Berlin (u. a.), Deutschland, Springer-Verlag (2008).
- [189] Jamal, R., und Hagedstedt, A., "LabVIEW: Das Grundlagenbuch", Edition 1, USA, Addison-Wesley (2001).
- [190] Janesch, J., "Two-Wire vs. Four-Wire Resistance Measurements: Which Configuration Makes Sense for Your Application?", *Keithly Instruments Inc.*, 1 (2013).
- [191] Shelly, G. B., und Hoisington, C., "Microsoft Visual Basic 2008: Complete Concepts and Techniques", Edition 1, USA, Cengage Learning (2008).

- [192] Vicenzo, A., "Structure and Mechanical Properties of Electrodeposited Nanocrystalline Ni-Fe Alloys", *Journal of The Electrochemical Society* 160, 11, D570 (2013).
- [193] Papula, L., "Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler Band 3", Edition 7, Wiesbaden, Springer Vieweg (2016).
- [194] Lüttgens, G., Pidoll, U. v., Schubert, W., Emde, S., und Lüttgens, S., "Statische Elektrizität: Durchschauen - Überwachen - Anwenden", Edition 1, Weinheim, Deutschland, WILEY-VCH (2020).
- [195] Analog_Devices_Inc., "AD7745/AD7746 - 24-Bit Capacitance-to-Digital Convertor with Temperature Sensor - Technical Data Sheet", (2005).
- [196] Quednau, S., Greiner, F., Schlaak, H. F., Rauber, M., Ensinger, W., und Neumann, R., "Integration von Nanodrahtarrays in Mikrosysteme für die Gasflusssensorik", (2010).
- [197] Navitski, A., "Scanning field emission investigations of structured CNT and MNW cathodes, niobium surfaces and photocathodes", Dissertation, Fachbereich Mathematik und Naturwissenschaften, Bergische Universität Wuppertal, Deutschland (2010).
- [198] Ensinger, W., und Vater, P., "Diameter distributions of metallic nanowires formed by galvanic deposition inside polymer matrix pores", *Materials Science and Engineering: C* 25, 5-8, 609 (2005).
- [199] Hottes, M., Rauber, M., Stegmann, C., Dassinger, F., Schlaak, H. F., Trautmann, C., und W., E., "Electrodeposition of nanowire arrays for accelerometers and their mechanical properties", auf: EDNANO Hrsg.: Universität Porto, in: Porto, Portugal (2012).
- [200] Kranz, M., "Elektrodeposition von Nickel-Eisen-Nanodrahtarrays und deren mechanische Charakterisierung", Bachelorarbeit, Fachbereich Material- und Geowissenschaften, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2015).
- [201] Hottes, M., Dassinger, F., Muench, F., Rauber, M., Stegmann, C., Schlaak, H. F., und Ensinger, W., "Patterned arrays of capped platinum nanowires with quasi-elastic mechanical response to lateral force", *Applied Physics Letters* 106, 5, 053109 (2015).
- [202] Dassinger, F., Hottes, M., Ensinger, W., und Schlaak, H. F., "Mechanische Charakterisierung von metallischen 1D-Nanostrukturen", auf: MikroSystemTechnik Kongress, Hrsg.: Bundesministeriums für Bildung und Forschung, VDE - Verband der Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik e.V., in: Karlsruhe, Deutschland (2015).
- [203] Döring, R., "Hysteresis", *Forschung auf dem Gebiet des Ingenieurwesens A* 14, 6, 148 (1943).
- [204] Barth, S., Harnagea, C., Mathur, S., und Rosei, F., "The elastic moduli of oriented tin oxide nanowires", *Nanotechnology* 20, 11, 115705 (2009).
- [205] Riedo, E., Palaci, I., Boragno, C., und Brune, H., "The 2/3 Power Law Dependence of Capillary Force on Normal Load in Nanoscopic Friction", *The Journal of Physical Chemistry B* 108, 17, 5324 (2004).
- [206] Butt, H.-J., Cappella, B., und Kappl, M., "Force measurements with the atomic force microscope: Technique, interpretation and applications", *Surface Science Reports* 59, 1-6, 1 (2005).
- [207] Israelachvili, J. N., "Intermolecular and Surface Forces", Edition 3, Amsterdam (u. a.), Niederlande, Academic Press (2011).
- [208] Farshchi-Tabrizi, M., Kappl, M., Cheng, Y., Gutmann, J., und Butt, H. J., "On the adhesion between fine particles and nanocontacts: an atomic force microscope study", *Langmuir* 22, 5, 2171 (2006).
- [209] Wu, C.-G., Lin, H. L., und Shau, N.-L., "Magnetic nanowires via template electrodeposition", *Journal of Solid State Electrochemistry* 10, 4, 198 (2005).
- [210] Bosch_Sensortec, "BMA255: Data Sheet", (2014).

Abbildungsverzeichnis

Titelbild: Aufnahme eines mikroskopischen Platin-Drahtarrays im Rasterelektronenmikroskop (links oben) im direkten Vergleich zu einem menschlichen Haar (links unten). Übersichtsbild von mehreren simultan hergestellten Arrays (rechts oben). Messszenario bei der Untersuchung des mechanischen Verhaltens (rechts unten)

Abbildung 1-1: a) Schematische Darstellung eines Arrays, welches aus ND bzw. SD besteht und auf einem Substrat gewachsen ist. b) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme: Zahlreiche, metallische ND, die über eine metallische Kappe verbunden und stabilisiert sind und das NDA bilden. Mit Erlaubnis entnommen aus [5]: Abbildung 6.4a. c) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme: mehrere simultan abgeschiedene NDAs, die nebeneinander angeordnet sind. Mit Erlaubnis entnommen aus [5]: Abbildung 6.5b.2

Abbildung 1-2: Schematische Darstellung des Sensorprinzips des neuartigen, miniaturisierten Beschleunigungssensors, bei dem ein NDA als Feder-Masse-Element zum Einsatz kommen soll.6

Abbildung 1-3: a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines von einer metallischen Masse umgebenen metallischen Einzeldrahts, der als Feder-Masse-Element fungieren soll. Mit Erlaubnis entnommen aus [10]: Abbildung 5.22.7

Abbildung 1-4: Graphische Veranschaulichung der Ziele und der Motivation der vorliegenden Dissertation.9

Abbildung 2-1: Schematischer Verlauf der Drahtarrayherstellung von der Bestrahlung der Template bis zur Freilegung der elektrochemisch abgeschiedenen Drahtarrays: a) und b) Schwerionen werden durch eine Lochmaske beschleunigt und erzeugen lokal begrenzte latente Ionenspuren, die anschließend zu zylindrischen Kanälen aufgeweitet werden. c) Als Kathode fungiert eine einseitig auf das Polymer aufgesputterte Goldschicht, die mit Kupfer verstärkt ist. d) Nachdem die Kanäle elektrochemisch vollständig mit Metall gefüllt sind, wird die Abscheidung fortgeführt und es entsteht eine halbkugelförmige Kappe auf der Oberfläche des Templates, die die einzelnen Drähte zusammenhält. e) Für freistehende Drahtarrays wird das Polymer abschließend entfernt.14

Abbildung 2-2: Repräsentativer Ausschnitt aus einer laufenden Abscheidung von Drahtarrays. Gezeigt ist eine Sequenz aus vier Pulsen, bestehend aus jeweils einem kathodischen Puls P1 mit einer Dauer von 50 ms und einem Ruhepuls P2 mit einer Dauer von 1000 ms.15

Abbildung 2-3: a) Typische Strom-Ladung-Zeit-Kurve für die Elektrodeposition der Drahtarrays mit vier charakteristischen Bereichen (I-IV). Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des im Templat gewachsenen und anschließend freigelegten Drahtarrays: b) Bereich I: Drahtansätze auf der kathodischen Rückschicht (45°-Blickwinkel) (M. 500 nm). c) Bereich II: gleichmäßiges Drahtwachstum im Templat (45°-Blickwinkel) (M. 10 µm). d) Bereich III: Beginn des Kappenwachstums (45°-Blickwinkel) (M. 10 µm). e) Bereich IV: gleichmäßiges Kappenwachstum beendet (45°-Blickwinkel) (M. 10 µm).16

Abbildung 2-4: Nanokraftmessplatz: a) Detailaufnahme der Probe mit den mikroskopischen Drahtarrays (1), der Messspitze (2) (M. 250 µm); b) Detailaufnahme des Chips, auf dem der kapazitive Kraftsensor (3) integriert ist (M. 4 mm); c) und in lateraler Richtung über einen Linearantrieb (4) und über eine feine Feststellschraube vertikal verfahren werden kann. Mit Hilfe der Mikroskopkamera mit integrierter LED-Lichtquelle (5) und dem zweiachsig verschiebbaren Probentisch (6) können die Arrays vor der Messspitze positioniert werden (M. 10 mm)22

Abbildung 2-5: Mikroskopaufnahme nach einer erfolgreichen Positionierung der Messspitze vor einem Array (M. 50 μm).	23
Abbildung 2-6: Benutzeroberfläche der Software, welche den Potentiostaten steuert (Reiter: „Settings“ für Kanal A)	25
Abbildung 2-7: Benutzeroberfläche der Software, welche den Potentiostaten steuert (Reiter: „Pulse“ für Kanal A)	27
Abbildung 2-8: Benutzeroberfläche der Software, welche den Nanokraftmessplatz steuert.....	29
Abbildung 2-9: Schematische Skizze des differentiell kapazitiven Detektionsprinzip, bei dem das Drahtarray symmetrisch innerhalb der elektronischen Messschaltung platziert ist.....	34
Abbildung 3-1: a) Photographie von einer der beiden Laser-gebohrten Lochmasken, die für die Synthese von Arrays zum Einsatz kam. Radialsymmetrisch sind acht Felder mit einer Größe von jeweils 1x1 cm angeordnet, in denen sich zeilenförmig viele Löcher im Abstand von 200 μm befinden. (M. 1 cm) b) Lichtmikroskopischer Ausschnitt des Lochmaskenfeldes, bestehend aus kreisförmigen Löchern mit einem Durchmesser von 50 μm und einem Abstand von 100 μm zueinander. Diese Maske zeigt die zeilenförmige Anordnung der Löcher der verwendeten Vierfeldlochmaske (M.100 μm).....	38
Abbildung 3-2: Aufbau für die Aufweitung der latenten Ionenspuren zu Kanälen. 51,1°C warmes Wasser wird über ein Pumpensystem permanent durch die doppelseitige Wand des Edelstahlgefäßes geleitet. Nach etwa 20 min herrscht ein thermodynamisches Gleichgewicht von 50°C zwischen dem Wasser in der doppelseitigen Wand und der Natronlauge im Edelstahlgefäß.	39
Abbildung 3-3: Aufbau für die Kupferabscheidung mit einem Zwei-Elektrodenaufbau: Die Abscheidezelle ¹⁵ besteht aus einem Aluminiumgehäuse und zwei Teflon-Zellkammern. Das Polymertemplat befindet sich zwischen „Zellkammer 1“ und „Zellkammer 2“, wobei die aufgesputterte Goldschicht in Kontakt mit dem Kupferring (Kathode) steht. Die Anode ist ein Kupferdraht, der in „Zellkammer 1“ in die blaue Kupfersulfat-Lösung ¹⁶ taucht. „Zellkammer 2“ ist für den Gegendruck mit Reinstwasser ¹² gefüllt. Mit einer Feststellschraube werden die beiden Zellkammern dicht verbunden.....	41
Abbildung 3-4: Aufbau für die Platinabscheidung mit einem Zwei-Elektrodenaufbau und der Abscheidezelle ¹⁵ : Das Polymertemplat befindet sich noch immer zwischen „Zellkammer 1“ und „Zellkammer 2“, wobei die mit Kupfer verstärkte aufgesputterte Goldschicht in Kontakt mit dem Kupferring (Kathode) steht. Die Anode ist eine Spiralelektrode aus Platin, die in „Zellkammer 2“ in den Platinelektrolyt eintaucht. „Zellkammer 1“ ist für den Gegendruck mit Reinstwasser ¹² gefüllt. Bei Abscheidungen bei erhöhter Temperatur (z. B. 40°C) werden, um das Verdampfen des Elektrolyten zu verlangsamen, die Einfülllöcher der beiden Zellkammern mit Parafilm zugedeckt und zusätzlich mit Kugeln aus Yttrium stabilisiertem Zirkoniumdioxid beschwert.	43
Abbildung 3-5: Aufbau für die Nickel-Eisen-Abscheidung mit einem Drei-Elektrodenaufbau in der Abscheidezelle ¹⁵	45
Abbildung 3-6: Vergrößerte Aufnahme des Messszenarios. Gezeigt sind die drei Stufen bei der mechanischen Charakterisierung der Arrays, welche einen Durchmesser von 50 μm besitzen. a) Positionierte Messspitze vor dem Array (Array in Ausgangszustand). b) Der Moment bei maximaler Belastung (Array voll ausgelenkt). c) Messspitze wieder in der Ausgangsposition (Array voll entlastet). Die Pfeile stellen die Bewegungsrichtung der	

Messspitze bei der Messung dar. Die roten Linien stellen stilisiert ein Array in der Ausgangsposition und in der ausgelenkten Position dar (M. jeweils 50 μm).....	52
Abbildung 3-7: Beispiel für die Microsoft-Excel-Tabelle direkt nach der Messung. Die Software schreibt alle Messpunkte Zeile für Zeile in ein einziges Tabellenblatt. Der Wechsel zwischen der ersten und der zweiten Messung kann in Spalte G abgelesen werden und ist hier in Zeile 85/86 zu finden (rot markiert). Vier Messwerte gehören zu einem μ -Schritt (blau markiert).	54
Abbildung 4-1: REM-Aufnahmen der für diese Dissertation durch die Anpassung der Abscheidebedingungen reproduzierten Platin-NDAs, welche mit der nasschemischen Methode freigelegt wurden. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt viele stabile Platin-NDAs, die simultan hergestellt wurden und periodisch angeordnet sind (M. 50 μm). b) Nahaufnahme eines einzelnen Arrays, bei dem ein Teil der Gestalt nicht erhalten ist (M. 10 μm).	57
Abbildung 4-2: REM-Aufnahmen der optimierten Platin-NDAs nach der Freilegung durch das Trockenätzverfahren. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt viele Platin-NDAs, die simultan hergestellt wurden und periodisch angeordnet sind (M. 50 μm). b) Nahaufnahme eines einzelnen Arrays mit nahezu vollständiger Erhaltung der Gestalt (M. 10 μm).	58
Abbildung 4-3: REM-Aufnahmen von optimierten Drahtarrays ohne Kappen, die die Logos der im Projekt beteiligten Gruppen darstellen. Die Bilder a), c) und e) stellen die Logos in großem Format dar (M. jeweils 250 μm). b), d) und f) stellen die Logos in kleinerem Format dar (M. jeweils 100 μm). a)+b) Logo des Fachgebiets Materialanalytik, c)+d) Logo des Instituts EMK, e)+f) Logo der GSI.	59
Abbildung 4-4: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 200 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine dreieckige Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm).	60
Abbildung 4-5: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 100 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays (45°-Blickwinkel). Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 20 μm).	61
Abbildung 4-6: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 75 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 100 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 10 μm).	62
Abbildung 4-7: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 200 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine quadratische Grundflächenform	

aufweisen soll (M. 75 μm). c) REM-Aufnahme der Draufsicht auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 250 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 25 μm).	63
Abbildung 4-8: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 250 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 50 μm). c) REM-Aufnahme auf die periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays (45°-Blickwinkel). Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 250 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 50 μm).	64
Abbildung 4-9: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 250 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 50 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (45°-Blickwinkel) (M. 25 μm).	65
Abbildung 4-10: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Stahllochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 75 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 25 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (M. 200 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (55°-Blickwinkel) (M. 10 μm).	66
Abbildung 4-11: a) Lichtmikroskopische Aufnahme der Vierfeldlochmaskenoberfläche mit periodisch angeordneten Löchern (M. 100 μm). b) Vergrößerung eines einzelnen Loches, welches eine kreisförmige Grundflächenform aufweisen soll (M. 10 μm). c) REM-Aufnahme der periodisch angeordneten Platin-Drahtarrays. Die Arrays wuchsen in dem Templat, bei dem die in (a) gezeigte Lochmaske bei der Bestrahlung verwendet wurde (50°-Blickwinkel) (M. 100 μm). d) Vergrößerte Ansicht eines einzelnen Arrays (50°-Blickwinkel) (M. 20 μm).	67
Abbildung 4-12: Pt-A: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht im 45°-Winkel (M. 50 μm), e) Detailansicht eines einzelnen Arrays (M. 20 μm), f) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).	71
Abbildung 4-13: Pt-B: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 200 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht im 45°-Winkel (M. 50 μm), e) Detailansicht eines einzelnen Arrays (M. 20 μm), f) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).	73
Abbildung 4-14: Pt-C: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).	74
Abbildung 4-15: Pt-D: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 μm), b) Draufsicht im Detail eines einzelnen Arrays (M. 20 μm), c) Übersicht im 50°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 50°-Winkel (M. 20 μm).	75

Abbildung 4-16: Pt-E: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 500 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 250 μm), d) Detailansicht eines abgebrochenen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).....	76
Abbildung 4-17: Pt-F: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 250 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 μm).....	77
Abbildung 4-18: NF-A: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 200 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).....	80
Abbildung 4-19: NF-B: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 μm).....	81
Abbildung 4-20: NF-C: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 100 μm), c) Übersicht im 45°-Blickwinkel (M. 50 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 45°-Winkel (M. 20 μm).....	82
Abbildung 4-21: NF-D: REM-Aufnahmen: a) Übersicht in Draufsicht (M. 100 μm), b) Draufsicht im Detail (M. 20 μm), c) Übersicht im 55°-Blickwinkel (M. 100 μm), d) Detailansicht eines einzelnen Arrays im 55°-Winkel (M. 20 μm).....	83
Abbildung 5-1: Kraft-Weg-Kurve des Sensors bei der Be- und Entlastung einer starren Probe. Es wurde dreimal hintereinander bis zu einem Weg von 10 μm gemessen und dabei die resultierende Kraft auf den Kraftsensor aufgezeichnet. Die angegebenen, gerundeten Werte im Diagramm entsprechen jeweils den Steigungen der drei Einzelmessungen.	86
Abbildung 5-2: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-A und Pt-B. Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (Pt-A: 76 nm, Pt-B: 210 nm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10 ⁷ cm ⁻² und 30 μm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).....	88
Abbildung 5-3: Einzelmessung Pt-A-1: erste von zehn Messungen.....	90
Abbildung 5-4: Einzelmessung Pt-B-1: dritte von zehn Messungen.....	91
Abbildung 5-5: Einzelmessung Pt-B-2: fünfte von zehn Messungen.....	91
Abbildung 5-6: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-A und Pt-B. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.	93
Abbildung 5-7: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-C und Pt-D. Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (Pt-C: 92 nm, Pt-D: 142 nm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10 ⁸ cm ⁻² und	

30 μm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).	95
Abbildung 5-8: Einzelmessung Pt-C-1: erste von zehn Messungen.	97
Abbildung 5-9: Einzelmessung Pt-C-1: zehnte von zehn Messungen.....	97
Abbildung 5-10: Einzelmessung Pt-C-2: siebte von zehn Messungen.	98
Abbildung 5-11: Einzelmessung Pt-C-3: fünfte von zehn Messungen.....	98
Abbildung 5-12: Einzelmessung Pt-D-1: neunte von zehn Messungen.	99
Abbildung 5-13: Einzelmessung Pt-D-2: dritte von zehn Messungen.	99
Abbildung 5-14: Einzelmessung Pt-D-3: fünfte von zehn Messungen.	100
Abbildung 5-15: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-C und Pt-D. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.	101
Abbildung 5-16: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Platin-Drahtarrays der Konfigurationen Pt-E und Pt-F. Die beiden Arrays unterscheiden sich in der Drahtlänge (Pt-E: 100 μm , Pt-F: 10 μm). Der Durchmesser des Arrays, die Drahtflächendichte und die Drahtdurchmesser sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10^8 cm^{-2} und $\approx 190 \text{ nm}$). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).	103
Abbildung 5-17: Einzelmessung Pt-E-1: achte von zehn Messungen.	104
Abbildung 5-18: Einzelmessung Pt-E-2: vierte von zehn Messungen.	105
Abbildung 5-19: Einzelmessung Pt-E-3: erste von zehn Messungen.....	105
Abbildung 5-20: Einzelmessung Pt-E-3: zehnte von zehn Messungen.....	106
Abbildung 5-21: Einzelmessung Pt-F-1: achte von zehn Messungen.	106
Abbildung 5-22: Einzelmessung Pt-F-2: achte von zehn Messungen.	107
Abbildung 5-23: Einzelmessung Pt-F-3: erste von zehn Messungen.	107
Abbildung 5-24: Einzelmessung Pt-F-3: neunte von zehn Messungen.....	108
Abbildung 5-25: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen Pt-E und Pt-F. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.	109
Abbildung 5-26: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Nickel-Eisen-Drahtarrays der Konfigurationen NF-A und NF-B. Der Durchmesser des Arrays, die eingestellte Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10^7 cm^{-2} und 30 μm). Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser	

(NF-A: 75 nm, NF-B: 162 nm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).....	112
Abbildung 5-27: Einzelmessung NF-A-1: siebte von zehn Messungen.	114
Abbildung 5-28: Einzelmessung NF-A-2: sechste von zehn Messungen.....	114
Abbildung 5-29: Einzelmessung NF-A-3: siebte von zehn Messungen.	115
Abbildung 5-30: Einzelmessung NF-B-1: achte von zehn Messungen.....	115
Abbildung 5-31: Einzelmessung NF-B-2: neunte von zehn Messungen.	116
Abbildung 5-32: Einzelmessung NF-B-3: achte von zehn Messungen.....	116
Abbildung 5-33: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen NF-A und NF-B. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.	117
Abbildung 5-34: Kraft-Weg-Kurven der abgebildeten Nickel-Eisen-Drahtarrays der Konfigurationen NF-C und NF-D. Der Durchmesser des Arrays, die eingestellte Drahtflächendichte und die Drahtlänge sind bei beiden Arrays annähernd identisch (50 μm , 10 ⁸ cm ⁻² und 30 μm). Die beiden Arrays unterscheiden sich im Drahtdurchmesser (NF-C: 77 nm, NF-D: 151 nm). Die angegebenen Werte im Diagramm entsprechen jeweils den durchschnittlichen Werten der Steigung der drei Arrays (M. jeweils 20 μm).....	119
Abbildung 5-35: Einzelmessung NF-C-1: fünfte von zehn Messungen.....	121
Abbildung 5-36: Einzelmessung NF-C-3: vierte von zehn Messungen.	121
Abbildung 5-37: Einzelmessung NF-C-2: erste von zehn Messungen.	122
Abbildung 5-38: Einzelmessung NF-C-2: zehnte von zehn Messungen.....	122
Abbildung 5-39: Einzelmessung NF-D-1: siebte von zehn Messungen.....	123
Abbildung 5-40: Einzelmessung NF-D-2: fünfte von zehn Messungen.	123
Abbildung 5-41: Einzelmessung NF-D-3: vierte von zehn Messungen.....	124
Abbildung 5-42: Einzelmessung NF-D-3: sechste von zehn Messungen.....	124
Abbildung 5-43: Vergleich von Minimal-, Maximal-, und allen Mittelwerten der Federkonstanten unter Berücksichtigung der jeweils größten ermittelten relativen Standardabweichung für die Arraykonfigurationen NF-C und NF-D. Die beiden horizontalen Linien repräsentieren die Mittelwerte der Federkonstanten über jeweils drei gemessene Arrays.....	125
Abbildung 5-44: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von 50 μm und einer Drahtlänge von 30 μm	130

Abbildung 5-45: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $100\text{ }\mu\text{m}$	131
Abbildung 5-46: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $10\text{ }\mu\text{m}$	131
Abbildung 5-47: Graphische Auftragung der Istwerte der Federkonstanten von Nickel-Eisen-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$	133
Abbildung 5-48: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Beschleunigung von $1g$	140
Abbildung 5-49: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Beschleunigung von $10g$	140
Abbildung 5-50: Graphische Auftragung der berechneten Auslenkungen von Platin-Drahtarrays gegen den Drahtdurchmesser bei verschiedenen Drahtflächendichten mit einer Arraygrundfläche von $50\text{ }\mu\text{m}$ und einer Drahtlänge von $30\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Beschleunigung von $50g$	141

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Die für das Rechenbeispiel nach Gleichung 2-12 angenommenen Werte für ein Drahtarray mit kreisförmiger Arraygrundfläche aus Platin und Nickel-Eisen mit einer Nickel/Eisen-Zusammensetzung von 90/10 Gew.-%.....	33
Tabelle 3-1: Zusammenfassung der Einstellungen in der Potentiostat-Software für die gepulste elektrochemische Abscheidung der Platin- und Nickel-Eisen- Drahtarrays (Informationen über die Bedeutung der Felder befinden sich in Abbildung 2-6 und Abbildung 2-7)	42
Tabelle 3-2: Zusammenfassung der Abscheidebedingungen der Synthese für die Drahtarrays aus Platin	44
Tabelle 3-3: Zusammenfassung der Abscheidebedingungen zur Herstellung von Drahtarrays aus Nickel-Eisen.....	46
Tabelle 3-4: Übersicht über die besten Parameter bei der Freilegung der Drahtarrays.....	48
Tabelle 3-5: Zusammenstellung der am besten geeigneten Parameter für die mechanische Untersuchung der starren Probe bzw. der Arrays, die in den jeweiligen Feldern eingetragen wurden (siehe Abbildung 2-8; Feld 2.1 und 2.2)	52
Tabelle 4-1: Übersicht über die Geometrie der Löcher und Arrays, die mittels Laser-gebohrter Stahllochmaske erzeugt wurden. Angegeben sind jeweils die Soll- und Istwerte, die aus den in diesem Kapitel dargestellten REM-Bildern bestimmt wurden.	69
Tabelle 4-2: Eigenschaften eines Platin-NDAs aus Konfiguration Pt-A :	71
Tabelle 4-3: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration Pt-B :.....	73
Tabelle 4-4: Eigenschaften eines Platin-NDAs aus Konfiguration Pt-C :	74
Tabelle 4-5: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration Pt-D :	75
Tabelle 4-6: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration Pt-E :	76
Tabelle 4-7: Eigenschaften eines Platin-SDAs aus Konfiguration Pt-F :	77
Tabelle 4-8: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-NDAs aus Konfiguration NF-A :	80
Tabelle 4-9: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-SDAs aus Konfiguration NF-B :	81
Tabelle 4-10: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-NDAs aus Konfiguration NF-C :	82
Tabelle 4-11: Eigenschaften eines Nickel-Eisen-SDAs aus Konfiguration NF-D :	83
Tabelle 5-1: Die für die mechanische Charakterisierung ausgewählten kreisförmigen Platin-NDAs und -SDAs mit den jeweiligen geometrischen Eigenschaften und der gemessenen Federkonstanten, die mit dem Faktor 6,19 N/m korrigiert wurde. Der jeweils blau markierte Wert zeigt den für die Systematik variierten Wert im Vergleich zur vorherigen Probe an.....	87
Tabelle 5-2: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-A und Pt-B (Unterschied im Drahtdurchmesser: Pt-A: 76 nm, Pt-B: 210 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle	

bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung	89
Tabelle 5-3: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-C und Pt-D (Unterschied im Drahtdurchmesser: Pt-C: 92 nm, Pt-D: 142 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung	96
Tabelle 5-4: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen Pt-E und Pt-F (Unterschied in der Drahtlänge: Pt-E: 100 μm , Pt-F: 10 μm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung.	104
Tabelle 5-5: Die für die mechanische Charakterisierung ausgewählten kreisförmigen Nickel-Eisen-NDAs und -SDAs mit den jeweiligen geometrischen Eigenschaften und der gemessenen Federkonstanten, die mit dem Faktor 6,19 N/m korrigiert wurde. Der jeweils blau markierte Wert zeigt den für die Systematik variierten Wert im Vergleich zur vorherigen Probe an.	111
Tabelle 5-6: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen NF-A und NF-B (Unterschied im Drahtdurchmesser: NF-A: 75 nm, NF-B: 162 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung	113
Tabelle 5-7: Zusammenfassung der Ergebnisse zu den jeweiligen Federkonstanten für die Arraykonfigurationen NF-C und NF-D (Unterschied im Drahtdurchmesser: NF-C: 77 nm, NF-D: 151 nm). Jede Zahl in einer Tabellenzelle bezieht sich auf zehn Messungen am jeweiligen Array: MW ist der Mittelwert der Federkonstanten, MIN ist der minimal gemessene Wert, MAX ist der maximal gemessene Wert. Mit aufgeführt ist die relative Standardabweichung	120
Tabelle 5-8: Die für die Untersuchung des mechanischen Verhaltens ausgewählten Platin-Drahtarrays mit den jeweiligen geometrischen Ist-Eigenschaften (blau) und der nach Gleichung 2-9 bzw. Gleichung 2-12 berechneten Zielwerten inklusive Toleranzbereichen. Der E-Modul für Platin wird mit 168 GPa als konstant angesehen.....	128
Tabelle 5-9: Die für die Untersuchung des mechanischen Verhaltens ausgewählten Nickel-Eisen-Drahtarrays mit den jeweiligen geometrischen Ist-Eigenschaften (grün) und der nach Gleichung 2-12 berechneten Zielwerten inklusive Toleranzbereichen. Der E-Modul für Nickel-Eisen wird mit 200 GPa als konstant angesehen.	132
Tabelle 5-10: Die für die Berechnung der Kapazitätsänderung nach Abbildung 2-9 angenommenen Werte zur Berechnung nach Gleichung 2-14.	139

Publikationen

Journals – Peer-Reviewed

1. **Hottes, M.**, Dassinger, F., Muench, F., Rauber, M., Stegmann, C., Schlaak, H. F. und Ensinger, W., „Patterned arrays of capped platinum nanowires with quasi-elastic mechanical response to lateral force“, *Applied Physics Letters* 106, 053109 (2015)
2. Stegmann, C., Muench, F., Rauber, M., **Hottes, M.**, Brötz, J., Kunz, U., Lauterbach, S., Kleebe, H.-J., und Ensinger, W., „Platinum nanowires with pronounced texture, controlled crystallite size and excellent growth homogeneity fabricated by optimized pulsed electrodeposition“, *RSC Advances* 4, 4804 (2014)

Konferenzbeiträge und Berichte

1. Dassinger, F., **Hottes, M.**, Ensinger, W. und Schlaak, H.F., „Mechanische Charakterisierung von metallischen 1D-Nanostrukturen“ auf: MikroSystemTechnik Kongress 2015 in: Karlsruhe (2015)
2. Quednau, S., Dassinger, F., **Hottes, M.**, Stegmann C., Ensinger, W. und Schlaak, H.F., „Integration und Charakterisierung von Nanostrukturen in Mikrosysteme für sensorische Anwendungen“, auf: Mikrosystemtechnik Kongress in: Aachen (2013)
3. Dassinger, F., **Hottes, M.**, Greiner, F., Schlaak, H.F., und Ensinger. W., „Mikro-Nano-Integration für die Intertialsensorik“ in: „Sensor Magazin 27 (3)“ , 24 (2012)
4. Greiner, F., Dassinger, F., Quednau, S., Sarwar. R., **Hottes, M.**, Stegmann, C., Rauber, M., Trautmann, C., Schlaak, H.F. und Ensinger, W., „Integration of nanowires onto 100 mm wafers by the growth in-place method“ in: “GSI Scientific Report 2012“, 413 (2012)
5. Dassinger, F., Quednau, S., Greiner, F., Schlaak, H.F., **Hottes, M.**, Stegmann, C., Rauber, M., Ensinger W., und Trautmann, C., „Einsatz von integrierten Nanostrukturen in Mikrosystemen“, VDE-Verlag auf: Mikro-Nano-Integration in: Berlin (2012)

Präsentationen

1. **Hottes, M.**, Rauber, M., Stegmann, C., Dassinger, F., Schlaak, H.F., Trautmann, C., und Ensinger W., „Electrodeposition of nanowire arrays for accelerometers and their mechanical properties“ auf: EDNANO in: Porto, Portugal (2012)

2. Stegmann, C., Rauber, M., **Hottes, M.**, Muench, F., Brötz, J., Quednau, S., Schlaak, H.F., und Ensinger W., „Direct growth of vertically integrated platinum nanowires with controlled crystallinity for sensing devices“, auf: EDNANO in: Porto, Portugal (2012)
3. Schneider, J.J., Yadav, S., Ensinger, W., **Hottes, M.**, Küppers, F., Rhazi, S., Schlaak, H.F., Greiner, F., Dassinger, F., „ELEMENT – Elektromechanische Sensoren mit eindimensionalen Nanoobjekten“, auf: BMBF-Statusmeeting in: Berlin (2012)

Betreuung wissenschaftlicher Arbeiten

1. Creutz, A., „Elektrodeposition von 3-D-Rhodiumnetzwerken und deren katalytische Eigenschaften bei der Nitratreduktion“, Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2015) [Bachelorarbeit]
2. Kranz, M., „Elektrodeposition von Nickel-Eisen-Nanodrahtarrays und deren mechanische Charakterisierung“, Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2015) [Bachelorarbeit]
3. Lehmann, S., „Elektrodeposition von eindimensionalen Rhodium-Nanostrukturen aus einem alkalischen Elektrolyten“, Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2014) [Bachelorarbeit]
4. Rhein, P., „Herstellung und Charakterisierung von Nickel-Eisen-Nanodraht-Arrays mit unterschiedlichen Geometrien“, Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2014) [Bachelorarbeit]
5. Matsuya, T., „Synthesis of Cobalt-based and Nickel-based nanotubes in ion track etched polycarbonate templates“, Fachbereich Materialwissenschaft, Technische Universität Darmstadt, Deutschland (2014) [Gastwissenschaftsarbeit]

Erklärung zur Dissertation

Hiermit versichere ich, die vorliegende Dissertation ohne Hilfe Dritter nur mit den angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt zu haben. Alle Stellen, die aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht. Diese Arbeit hat in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen.

Darmstadt, den 02. Oktober 2019

(Martin Hottes)